Postverlagsort Berlin

FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

UNTER MITWIRKUNG DER FACHGRUPPE ANALYTISCHE CHEMIE
DER GESELLSCHAFT DEUTSCHER CHEMIKER
VERTRETEN DURCH
H. KIENITZ W. KOCH H. LUTHER H. SPECKER

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

175. BAND, 6. (SCHLUSS-)HEFT
MIT 16 ABBILDUNGEN IM TEXT
(ABGESCHLOSSEN AM 20. JULI 1960)

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG
J.F. BERGMANN · MÜNCHEN
1960

Z. analyt. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*. Bis Band 59 (1919) Wiesbaden, C.W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C.W. Kreidel, und München, J.F. Bergmann, Band 63—127 (1944) München, J.F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann, und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind. Der Autor verpflichtet sich, sie auch nachträglich nicht an anderer Stelle zu publizieren. Mit der Annahme des Manuskriptes und seiner Veröffentlichung durch den Verlag geht das Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder einschließlich des Rechts der fotomechanischen Wiedergabe oder einer sonstigen Vervielfältigung an den Verlag über. Jedoch wird gewerblichen Unternehmen für den innerbetrieblichen Gebrauch nach Maßgabe des zwischen dem Börsenverein des Deutschen Buchhandels e.V. und dem Bundesverband der Deutschen Industrie abgeschlossenen Rahmenabkommens die Anfertigung einer fotomechanischen Vervielfältigung gestattet. Wenn für diese Zeitschrift kein Pauschalabkommen mit dem Verlag vereinbart worden ist, ist eine Wertmarke im Betrage von DM 0,30 pro Seite zu verwenden. *Der Verlag läßt diese Beträge den Autorenverbänden zufließen.*

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,

Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als $1^1/_2$ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 28—30
Fernsprecher 27901
Berlin-Wilmersdorf, Heidelberger Platz 3
Fernsprecher 830301

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 440535

Band 175 **Inhaltsverzeichnis** (Schluß-)Heft 6

Originalabhandlungen Seite

Chaturvedi, G. K., and A. K. Bhattacharya, Estimation of Potassium by Precipitation with Sodium Cobaltnitrite 401

Vebersík, V., Elektrolytische und elektrochemische Abscheidung des Radiums D, Radiums E und Poloniums aus Äthylendiamintetraacetatlösung. Mit 3 Textabbildungen 405

Horáček, J., Z. Malkus und I. Schoberová, Die colorimetrische Bestimmung von ε-Caprolactam. Mit 6 Textabbildungen 415

Issa, I. M., and M. G. E. Allam, Oxidation with Manganate Solutions IV. Determination of Monovalent Thallium. With 4 Figures in the Text 421

Njegovan, V. N., und M. Kranjčević, Über die Bestimmung der Trockensubstanz in der Milch sowie des Wassergehaltes in der Butter und des Extraktes von Wein mit wasserfreiem Natriumsulfat bzw. Infusorienerde als Verteilungsmittel . . . 428

Wroński, M., Anwendung von mercuriertem Phenolphthalein und Fluorescein in der chemischen Analyse. Mit 2 Textabbildungen 432

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Chemical Laboratories, Agra College, Agra, India

Estimation of Potassium by Precipitation with Sodium Cobaltinitrite

By
G. K. Chaturvedi and Abani K. Bhattacharya

(Received January 10, 1959)

In the estimation of potassium in soils hardly any method gives concordant results, and hence variations are observed between different methods employed. In the method of sodium cobaltinitrite different procedures have been followed by different workers. R. J. Robinson and J. D. Hauschildt[8], K. L. Maljarov and W. B. Matzkievitsch[6], S. Katakousinos and A. Papadimitriou[5], and others have suggested the precipitation in alcoholic medium and alcoholic water as a washing liquid for the precipitate of $K_2Na[Co(NO_2)_6]H_2O$. Le Boucher[1], E. A. Mitscherlich[7], F. Thompson and H. H. Morgan[9], and others have suggested the use of acetic acid solution. The use of 1 N nitric acid has also been suggested[10]; but according to H. H. Green[2], no acid other than acetic acid has been recommended.

In view of the conflicting observations of different workers in this field, we have carried out the estimations as $K_2Na[Co(NO_2)_6] . H_2O$ in aqueous solution and in the presence of varying amounts of alcohol, allowing different time intervals for precipitation. The striking results of these estimations have been presented in this paper.

Experimental

A. R. grade chemicals have been used for the purpose. The determinations have been done in duplicate and the mean of these duplicate estimations has been given in the Table.

The sodium cobaltinitrite reagent was freshly prepared as follows[10]. 22 g of sodium nitrite were dissolved in 50 ml of distilled water and mixed with a solution of 13 g of cobalt acetate tetrahydrate in 50 ml of acetic acid solution (10 ml of glacial acetic acid diluted to 50 ml with distilled water). The mixture was stirred well and allowed to react. When the reaction was over, it was gently warmed and a rapid current of air was drawn through the solution to remove nitrous fumes. It was then allowed to stand for 24 hours and filtered off to remove a small amount of the yellow precipitate of $K_2Na[Co(NO_2)_6]$ (due to the small amount of the impurities of potassium). The filtered solution was kept in an amber coloured bottle in a dark place.

Estimation of $K_2Na[Co(NO_2)_6] \cdot H_2O$ from K_2SO_4 and KCl Solutions

A. In Nitric Acid Medium[10]. 10 ml of K_2SO_4 solution or 5 ml of KCl solution was precipitated with 5 ml of sodium cobaltinitrite reagent in the presence of 1 ml of N nitric acid solution. It was filtered through sintered glass crucible and washed

Table

Exper. No.	Taken g	Wt. of precipitate g	Mean wt. of K_2SO_4 or KCl calculated from the precipitate g	Mean error %	Hours of precipitation	
	K_2SO_4		K_2SO_4			
1	0.04034	0.1010; 0.1021	0.03733	− 7.5	2	10 ml K_2SO_4 soln. + 1 ml 1 N HNO_3 + 5 ml reagent
2	0.04034	0.1020; 0.1040	0.03787	− 6.0	48	10 ml K_2SO_4 soln. + 1 ml 1 N HNO_3 + 5 ml reagent
	KCl		KCl			
3	0.13997	0.4202; 0.4212	0.13805	− 1.3	2	5 ml KCl soln. + 1 ml 1 N HNO_3 + 5 ml reagent
4	0.06263	0.1742; 0.1720	0.05681	− 9.2	24	25 ml KCl soln. + 5 ml dist. water + 5 ml reagent
5	0.06263	0.1992; 0.1956	0.0648	+ 3.5	24	25 ml KCl soln. + 5 ml 80% Alcohol + 5 ml reagent
6	0.06263	0.1966; 0.1958	0.0644	+ 3.0	24	25 ml KCl soln. + 5 ml 60% Alcohol + 5 ml reagent
7	0.06259	0.1868; 0.1928	0.06230	− 0.5	1	25 ml KCl soln. + 5 ml 40% Alcohol + 5 ml reagent
8	0.06259	0.1910; 0.1882	0.06224	− 0.6	2	25 ml KCl soln. + 5 ml 40% Alcohol + 5 ml reagent
9	0.06263	0.1894; 0.1892	0.06216	− 0.6	24	25 ml KCl soln. + 5 ml 40% Alcohol + 5 ml reagent
10	0.06259	0.1776; 0.1776	0.05698	− 9.0	1	25 ml KCl soln. + 5 ml 20% Alcohol + 5 ml reagent
11	0.06259	0.1772; 0.1782	0.05833	− 7.0	2	25 ml KCl soln. + 5 ml 20% Alcohol + 5 ml reagent
12	0.06259	0.1830; 0.1838	0.0602	− 3.8	4	25 ml KCl soln. + 5 ml 20% Alcohol + 5 ml reagent
13	0.06263	0.1832; 0.1844	0.06033	− 3.6	24	25 ml KCl soln. + 5 ml 20% Alcohol + 5 ml reagent

first with 0.01 N nitric and then five times with 95% alcohol (using 2 ml of alcohol each time). The precipitate was dried at 110° C, cooled and weighed as $K_2Na[Co(NO_2)_6] \cdot H_2O$. (Results see Table, Exper. No. 1, 2, 3.)

B. In Aqueous Medium. The precipitation was done in aqueous medium. It was filtered and washed with ice-cold water. It was dried as previously done and weighed. This time the total volume during precipitation was also kept fixed at 35 ml. The washing liquid, ice-cold water has been recommended by H. C. Harris[3]. (Results see Table, Exper. No. 4.)

C. In Alcoholic Medium. The precipitation was done in alcoholic medium according to the method suggested by Robinson and Hauschildt[8], and Maljarov and Matzkievitsch[6]. For this purpose the solution of alcohol of four percentages (by volume) i.e. 80%, 60%, 40%, and 20% were prepared. 5 ml of the alcohol solution was used in estimation. The total volume of the mixed solution was kept fixed at 35 ml. The precipitate was washed with 96.4% alcohol. (Refer Table, Exper. No. 5, 6.)

D. In Alcoholic Medium and the Study of Time Factor on Precipitation. The precipitation was done in alcoholic medium. It was filtered off after a known interval of time, i.e. after 1, 2 and 24 hours, but the precipitate was washed with the alcohol of the same percentage which was used during the precipitation. (Refer Table, Exper. No. 7—13.)

Discussion

The main observations that are derived from our estimations are the following:

1. K_2SO_4 does not give the correct results within permissible limit of experimental error, when $K_2Na[Co(NO_2)_6] \cdot H_2O$ is precipitated in presence of 1 N nitric acid and washed with 0.01 N nitric acid and 95% alcohol (Table, Exper. No. 1, 2).

2. When KCl solution is used and $K_2Na[Co(NO_2)_6] \cdot H_2O$ is precipitated and washed as above, the result is improved and the percentage error is limited to -1.3% (Vide Table, Exper. No. 3).

3. When the precipitation was done and kept for 24 hours in aqueous medium and washed with ice-cold water, the total volume during precipitation being kept at 35 ml, the error was found to be as low as -9.2% (Vide Table, Exper. No. 4).

4. When the estimation was done in alcoholic medium with 5 ml of 60% and 80% alcohol, the total volume being kept fixed at 35 ml and washed with 96.4% alcohol, there was an appreciable error of $+3.5\%$ and $+3.0\%$ respectively (Vide Table, Exper. No. 5, 6).

5. The results were considerably improved when the precipitation of $K_2Na[Co(NO_2)_6] \cdot H_2O$ was done in the presence of 5 ml of 40% alcohol, the total volume during precipitation being kept at 35 ml and the precipitate washed with 40% alcohol. The mean error of the replicates was between -0.5% to -0.6%. But in the case of 20% alcohol, under the same conditions the error ranged between -3.6% to -9.0% varying with the hours of keeping the precipitate before washing (Vide Table, Exper. No. 7—13).

From the magnitudes of the variations of error obtained by the foregoing methods employed in the estimation of potassium by sodium cobaltinitrite method, it follows that there are many unknown factors on which the accuracy of this estimation depends. The solvent effect of water, the percentage strength of alcohol solution and the hours of precipitation seem to bring about wide variations of the results. From our observations 40% alcohol used in precipitating and washing of the complex $K_2Na[Co(NO_2)_6] \cdot H_2O$ appears to be the most reliable procedure to give the value within an accuracy of 0.5 to 0.6%. This is supported by the observation of Robinson and Hauschildt[8], Maljarov and Matzkievitsch[6]. It has been further supported by the method of Jackson[4], for the estimation of potassium as $K_2Na[Co(NO_2)_6] \cdot H_2O$.

The stability of $Na_3[Co(NO_2)_6] \cdot 3\,H_2O$ is a very doubtful factor. We have observed by conductivity experiments that a solution of sodium cobaltinitrite gradually decomposes and the conductivity goes on increasing with time. This may vitiate the result by forming some other complex than $K_2Na[Co(NO_2)_6] \cdot H_2O$ according to the method and condition of the precipitation employed. Further work is in progress.

References

[1] le Boucher, L.: An. Física, Quím. **23**, 540 (1925); cf. Z. analyt. Chem. **69**, 60 (1926). — [2] Green, H. H.: Biochemic. J. **6**, 69 (1911). — [3] Harris, H. C.: Soil Sci. **40**, 301 (1935); cf. Z. analyt. Chem. **115**, 73 (1938/39). — [4] Jackson, M. L.: Soil Chemical Analysis, p. 127. — [5] Katakousinos, S., and A. Papadimitriou: Z. Pflanzenernähr. Düng., Bodenkunde, A **26**, 166 (1932); cf. Z. analyt. Chem. **101**, 304 (1935). — [6] Maljarov, K. L., and W. B. Matzkievitsch: Zavodskaja Laborat. **3**, 705 (1934); cf. Z. analyt. Chem. **103**, 42 (1935). — [7] Mitscherlich, E. A., K. Celichowski and E. A. Fischer: Landwirtsch. Versuchsstat. **76**, 139 (1912); cf. Z. analyt. Chem. **51**, 698 (1912). — [8] Robinson, R. J., and J. D. Hauschildt: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **12**, 676 (1940). — [9] Thompson, I., and H. H. Morgan: J. Ind. Engng. Chem. **3**, 398 (1911); cf. Z. analyt. Chem. **57**, 477 (1918). — [10] Vogel, A. I.: A Textbook of Inorganic Quantitative Analysis, 2nd Ed.

G. K. Chaturvedi, Lecturer in Chemistry, Chemical Laboratories, Agra College, Agra (India)

Fachschule für Kerntechnik, Prag (Tschechoslowakei)

Elektrolytische und elektrochemische Abscheidung des Radiums D, Radiums E und Poloniums aus Äthylendiamintetraacetatlösung

Von
VLASTIMIL VEBERSÍK

Mit 3 Textabbildungen

(Eingegangen am 24. August 1959)

In der vorliegenden Arbeit wird eine Methode zur elektrolytischen und elektrochemischen Abscheidung von Radium D und E sowie Polonium aus Äthylendiamintetraacetatlösung (ÄDTA-Lösung) beschrieben. Sie gründet sich auf frühere Arbeiten von VEBERSÍK u. HOROVÁ[21] sowie VEBERSÍK[20]. Die erste der genannten Arbeiten[21] behandelt die quantitative Trennung des langlebigen aktiven Niederschlages von Radium D, Radium E und Polonium von löslichen und unlöslichen Radiumsalzen in sauren ÄDTA-Lösungen (p_H 4,5—5). Die langlebigen Zerfallsprodukte werden dabei an ÄDTA komplex gebunden. Auf dem gleichen Prinzip beruht die Trennung der Elemente Radium und Platin, Radium und Gold sowie Radium und Silber bei gleichzeitiger Trennung vom langlebigen Niederschlag[20].

In Anbetracht der praktisch unwägbaren Menge an Radium D, Radium E und Polonium wurden die von ERBACHER[5,7–9] und anderen Autoren[10,14] beschriebenen Verfahren, nämlich die der elektrolytischen und elektrochemischen Abscheidung aus salpetersaurer Lösung auf eine Metalloberfläche, angewendet. ERBACHER u. PHILIPP[9] konnten durch Elektrolyse aus 7%iger salpetersaurer Lösung Radium D auf eine Platinelektrode von 7×7 mm bei Raumtemperatur und einem Strom von $3 \cdot 10^{-3}$ A abscheiden. Die Elektrolyse dauert bei 93—98%iger Ausbeute etwa 250 Std. Die gleichen Autoren haben Polonium aus einer 0,5 n salpetersauren Vorratslösung von Radium D elektrochemisch auf eine Silberelektrode von 8×12 mm bei einer Temperatur von 70 bis 80° C und langsamer Rührung abgeschieden. Die Ausbeute der Abscheidung des Poloniums beträgt etwa 99%, durch entstandenes Silberperoxyd[7] wird die Oberfläche der Silberelektrode geschwärzt. Besser als das von ERBACHER u. PHILIPP[9] empfohlene Verfahren verläuft die Abscheidung mit Hilfe einer später von ERBACHER[5] empfohlenen Spezialapparatur mit rotierender Silberelektrode und einer Begasung der Lösung mit Wasserstoff. Spätere Arbeiten, die prinzipiell die gleiche

Arbeitsweise empfehlen, unterscheiden sich nur in kleineren Abwandlungen der praktischen Durchführung und der Art und Anordnung der Elektroden, z.B. haben FELDMAN u. FRISCH[10] zur Abscheidung des Poloniums eine tellerförmige Schale verwendet, die sich in einem Wasserbad befindet. Die elektrochemische Abscheidung auf einem Goldblech, die von HAISSINSKY u. COCHE[11] untersucht wurde, sowie die Abscheidung auf einem Palladiumblech nach Arbeiten von KANNE[12] brachten keine beträchtlichen Unterschiede.

Radium E wird aus verdünnter salpetersaurer oder salzsaurer Lösung bei 80° C auf einem Nickelblech abgeschieden. Nach BURTH[3] kann man als Elektrode statt der Metallbleche auch pulverige Metalle benutzen. Nach Untersuchungen von SPICYN[18] kann man grundsätzlich Polonium ohne Strom elektrochemisch auf einem rotierenden Silberblech, RadiumE ebenfalls elektrochemisch auf einem Nickelblech und Radium D bei niedrigerer Stromdichte auf einem Platinblech abscheiden. Andere Trennmethoden für Radium D, Radium E und Polonium, z.B. mit Ionenaustauschern[17,18] oder mit Hilfe der Papierchromatographie[15], sind für die Trennung geringer Mengen wenig brauchbar. So ist z.B. die Abtrennung des Poloniums mit Dowex 50 und Wismut-Trägermasse nur für eine Menge von mindestens 1 mg Polonium, das entspricht einer Aktivität von etwa 5 Curie, brauchbar. Die bisher bekannten Publikationen wenden die Trennung von Radium D, Radium E und Polonium in ÄDTA-Lösung nicht an.

Experimenteller Teil

Die Alphaaktivität wurde in einer Ionisationskammer mit Doppelmantel gemessen, wobei die Sättigungsströme, die nach Anlegen einer Hochspannungsversorgung fließen, mittels einer Kompensationsmethode bestimmt wurden. Die proportionale Teilung des Instrumentes für die Strommessung wurde mit einem α-Standardpräparat justiert, ein Teilstrich der Skala entsprach 8,82 elektrostatischen Einheiten bzw. 6,52 μC der α-Aktivität.

Die Messung der Betaaktivität erfolgte mit einem Einfaden-Elektrometer „Seismus-Hannover". Der Boden der festen Ionisationskammer war mit einem Aluminiumfilter von 0,1 mm Dicke versehen. 20 mm unter dem Aluminiumfilter war eine Kunststoffplatte (Polymethacrylat) als Unterlage für die zu messenden Präparate befestigt. Nachdem die Charakteristik des Elektrometers für 60—70 Teilstriche der Okularskala linear befunden wurde, wurde das Elektrometer mit einem β-Strahlenstandard (RaD + RaE im Gleichgewicht) auf Metallunterlage justiert, wobei bei allen Aktivitätsbestimmungen die harte β-Energie von RaE (1,17 MeV) gemessen wurde.

Die in Betracht kommenden Reagentien wurden vor der Verwendung auf aktive Verunreinigungen geprüft. Es ergaben sich aber keine Aktivitäten, die die Ergebnisse hätten beeinflussen können. Sämtliche Glasgeräte wurden mit einer Bariumchloridlösung behandelt. Die Entnahme von RaD + RaE + Po im Komplex mit ÄDTA aus der Vorratslösung erfolgte mit einer Mikropipette.

Während der Abscheidung befand sich die Glasschale mit der abgemessenen Lösung in einem Wasserbad, dessen Temperatur durch den Regulator Wertex

konstant gehalten wurde. Die Elektroden waren festgeklemmt und ihre Nebenflächen (außer der Abscheidungsfläche) mit abnehmbarem Lack bedeckt. Die Abscheidungsfläche wurde vor der Bestimmung blank gemacht und mit Äthylalkohol abgespült. Der Elektrolyt wurde mechanisch gerührt. Die Umdrehungszahl des Rührers wurde mit einem elektromagnetischen Umdrehungsmesser kontrolliert. Die gesamte Versuchsanordnung ist in Abb. 1 schematisch dargestellt. Die p_H-Messung im Elektrolyten erfolgte in üblicher Weise mit einem p_H-Meter.

Die Vorratslösung der ÄDTA-Komplexe von RaD + RaE + Po wurde durch Behandeln von alten Radiumsalzen mit ÄDTA in schwach saurer Lösung[20,21] gewonnen. Die zunächst sehr verdünnte Lösung wurde durch Eindampfen so weit

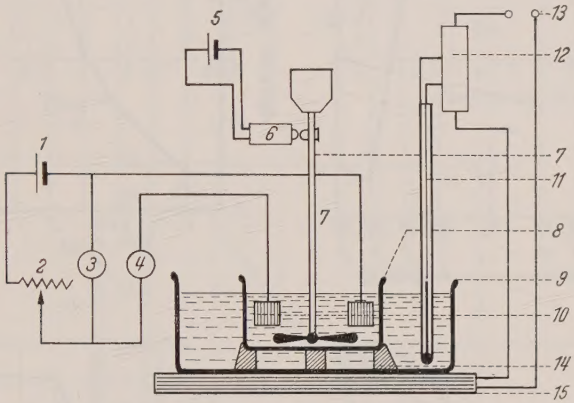


Abb. 1. Apparatur zur elektrolytischen Abscheidung von RaD, RaE und Po. *1* Stromquelle zur Elektrolyse; *2* Rheostat; *3* Voltmeter; *4* Milliamperemeter; *5* Stromquelle für einen Umdrehungsmesser; *6* Elektromagnetischer Umdrehungsmesser; *7* Rührer; *8* Glasschale für den Elektrolyten; *9* Wasserbad; *10* Anode und Kathode; *11* Temperaturregulator Wertex; *12* Relais; *13* Stromquelle für die Heizplatte; *14* Unterlage; *15* Heizplatte

konzentriert, daß 1 ml der Lösung 203,6 Mikrocuries Radium D, 203,6 Mikrocuries Radium E und 203,6 Mikrocuries Polonium enthielt; d. h., der abgetrennte langlebige Niederschlag befand sich in radioaktivem Gleichgewicht. Der Abdampfrückstand von 1 ml der Lösung wog 43 mg, das Gewicht ist überwiegend dem ÄDTA, teilweise auch dem stabilen Blei zuzurechnen. Das Eigengewicht der Radioisotopen ist so klein, daß es vernachlässigt werden kann.

Um die günstigsten Bedingungen für die elektrolytische Abscheidung von RaD, RaE und Po festzustellen, wurden die Einflüsse des Elektrodenmaterials, der Temperatur, des p_H-Wertes, der Konzentration des Elektrolyten, der Stromspannung, der Bewegung des Elektrolyten und der Dauer der Elektrolyse einzeln untersucht.

Bei der Angabe des Verhältnisses zwischen anodisch abgeschiedenem RaD und RaE wurde stets auch die Anfangsaktivität des RaE, die gleich nach der Abscheidung gemessen wurde, angeführt. Ihr Wert ist nur so zu erklären, daß er im wesentlichen auf freies RaE der Vorratslösung und nur zu einem sehr geringen Teil auf die Muttersubstanz RaD, die während der Abscheidung zerfiel, zurückzuführen ist. Nach dem Zerfallsschema des RaD befinden sich nach zweistündiger Abscheidung nur $1{,}18\,\%$[18] der

Gesamtmenge im Gleichgewicht. Praktisch bedeutet dies, daß beispielsweise bei einem Versuch, der 556 μC RaE ergab, tatsächlich nur 548,8 μC RaE abgeschieden wurden, während die restlichen 7,2 μC im Laufe der Abscheidung (2 Std) aus RaD gebildet wurden.

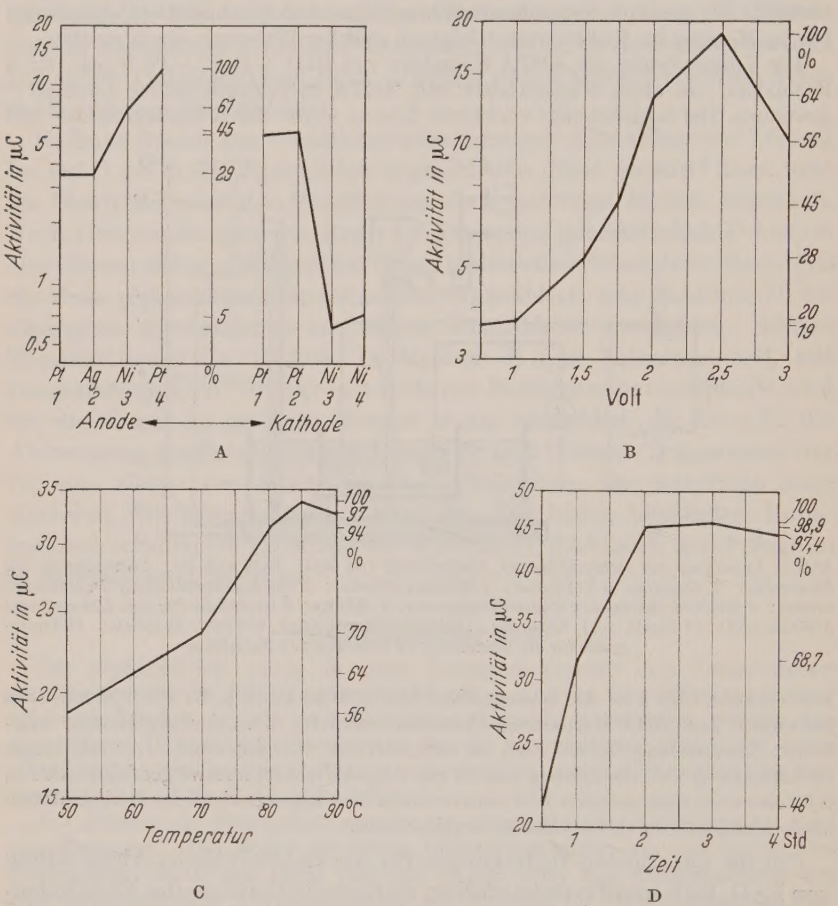
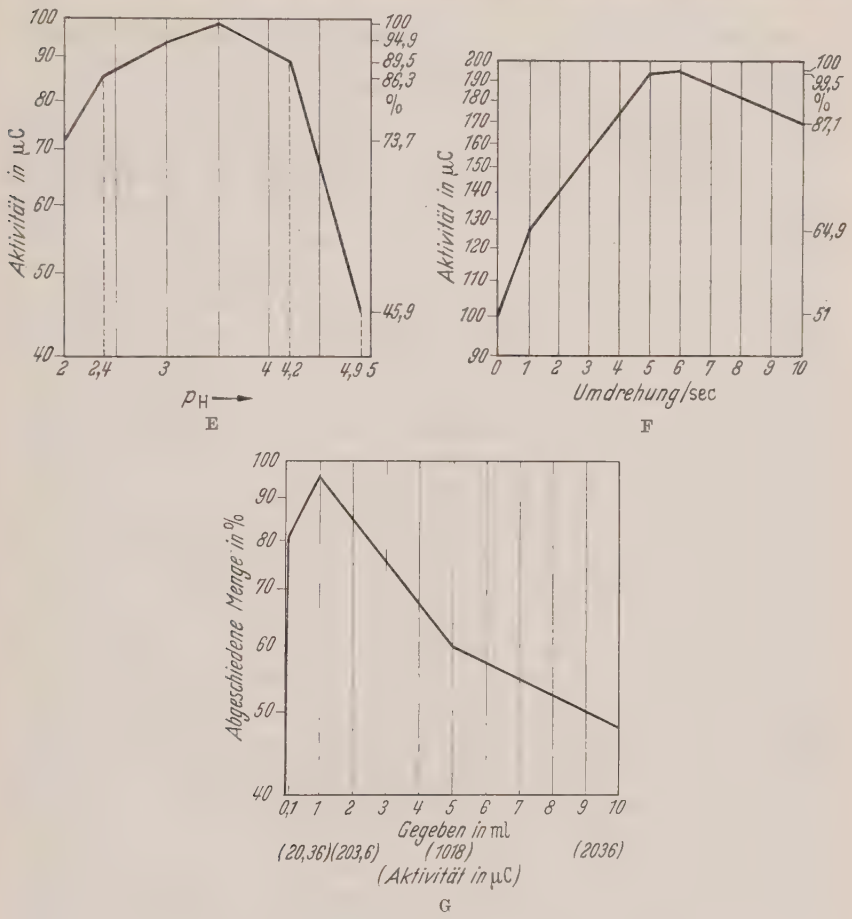


Abb. 2. Elektrolytische Abscheidung von RaD + RaE aus ÄDTA-Lösung. A Einfluß des Elektrodenmaterials; B Einfluß der Spannung; C Einfluß der Temperatur; D Einfluß der Elektrolysedauer; E Einfluß des pH-Wertes; F Einfluß der Elektrolytbewegung; G Einfluß der Elektrolytkonzentration

Versuchsbedingungen

	A	B	C	D	E	F	G
Elektroden	s. Text	Platinanode, Nickelkathode					
50 ml Elektrolyt enthalten ml-Vorratslösung	1	1	1	1	1	1	0,1—10
Spannung, Volt	2	0,75—3	2,5	2	2	2	2
pH-Wert	4,9	4,9	4,9	4,9	2—4,9	3,5	3,5
Temperatur, ° C	40—50	40—50	50—90	80	80	80	80
Dauer der Elektrolyse, Std	1	1	1	0,5—4	2,5	2,5	2,5
Rührgeschwindigkeit U/sec	—	—	—	—	—	1—10	5



Abscheidung von RaD + RaE aus ÄDTA-Lösung

Einfluß des Elektrodenmaterials. Es wurden 4 verschiedene Elektrodenpaare als Bleche in der Größe $10 \times 10 \times 0.2$ mm angewendet und zwar: 1. Anode und Kathode aus Platin, 2. Anode aus Silber, Kathode aus Platin, 3. Anode und Kathode aus Nickel, 4. Anode aus Platin, Kathode aus Nickel.

Die Abscheidung auf den Elektroden erfolgte praktisch nur auf der blanken Metallfläche. Die mit Lack überzogene andere Elektrodenfläche zeigte nur eine geringe Aktivität. Nach der Abscheidung wurden die Elektroden nicht gespült, da sich gezeigt hatte, daß die β-Aktivität beim Spülen um bis zu 13% abnahm. Die abgeschiedenen Niederschläge wurden also bloß unter einer Infrarotlampe getrocknet und dann gleich vermessen.

Um den Verlauf der Zu- oder Abnahme der β-Aktivität festzustellen, folgten weitere Messungen, die stets nach 1, 5, 10, 15, 20, 30 und 50 Tagen durchgeführt wurden.

Sämtliche Versuche wurden jeweils fünffach unter den gleichen Bedingungen durchgeführt. Aus den Ergebnissen wurden Durchschnittswerte berechnet, die in den Abbildungen und der Tabelle verwertet sind.

Aus Abb. 2A erkennt man, daß mit der Elektrodenkombination 1 (Anode und Kathode aus Platin) auf der Anode 29%, auf der Kathode 45% der maximalen Menge abgeschieden wurden. Die zeitliche Verfolgung der Aktivitätsänderung ergab, daß das auf den Elektroden abgeschiedene Gemisch zu 16—18% aus RaE bestand. Bei der Elektrodenkombination 2 liegen die Verhältnisse ähnlich. Die Abscheidung auf den Nickelelektroden (Kombination 3) lieferte bessere Ergebnisse, da auf der Anode 60%, auf der Kathode nur 5% der Maximalmenge abgeschieden wurden. Als beste Kombination erwies sich das Elektrodenpaar 4 (Kathode aus Nickel, Anode aus Platin). Hier wurde auf der Anode die höchste Aktivität (100%) von allen Versuchen erreicht, während die Kathode nur 5% zeigte. Diese Kombination wurde daher für alle folgenden Versuche benutzt.

Der Einfluß der Spannung auf die Abscheidung auf der Nickelkathode ist gering. Der Einfluß auf die Abscheidung auf der Platinanode ist in Abb. 2B graphisch dargestellt. Im Bereich zwischen 0,74 V und 2,5 V steigt die Ausbeute von 19% bis auf etwa 100%. Die weitere Steigerung der Spannung bringt wieder eine Erniedrigung der β-Aktivität. Die in der Tabelle unter B zusammengestellten Ergebnisse zeigen, daß für quantitative Abscheidungen eine Spannung von 2 V erforderlich ist, qualitative Befunde sind bereits bei Spannungen zwischen 1,5 und 1,75 V zu erzielen.

In bezug auf den *Einfluß der Temperatur* zeigen Abb. 2C und Tab. C, daß das Abscheidungsmaximum bei 85° C erreicht wird. Von da ab sinkt die Ausbeute an Radium D wieder.

Elektrolysedauer. Nach Abb. 2D und Tab. D werden die günstigsten Ergebnisse bei 2—3 Std dauernder Elektrolyse erzielt. Nach 4 Std ist bereits eine Verminderung der Ausbeute zu beobachten. Bei den weiteren Versuchen haben wir deshalb eine Elektrolysedauer von 2,5 Std eingehalten.

Der optimale *p_H-Wert* der Lösung liegt nach Abb. 2E und Tab. E bei p_H 3,5, die *Rührgeschwindigkeit* wird am besten auf 5—6 U/sec eingestellt (vgl. Abb. 2F und Tab. F).

Als günstigste *Konzentration an RaD + RaE im Elektrolyten* ergibt sich nach Abb. 2G eine etwa 200 μC entsprechende Menge (1 ml der Vorratslösung).

Abscheidung von Polonium aus ÄDTA-Lösung

Die Versuche wurden ähnlich wie die Versuche zur Abscheidung von RaD + RaE durchgeführt.

Einfluß des Elektrodenmaterials. Als Elektroden wurden wieder Metallbleche in der Größe $10 \times 10 \times 0{,}2$ mm angewendet. Wie Abb. 3A zeigt,

Tabelle. *Verlauf der β-Aktivitätszunahme und Zusammensetzung des abgeschiedenen RaD—RaE-Gemisches*

	Abgeänderte Bedingung	Anfangs-aktivität	End-aktivität	Zusammensetzung des abgeschiedenen Niederschlages		
				RaD	RaE	
		μC	μC	μC	μC	%
B	Spannung V					
	0,75	1,15	3,6	3,6	1,15	31,9
	1,0	0,96	3,8	3,8	0,96	25,2
	1,5	0,77	5,3	5,3	0,77	14,5
	1,75	1,25	8,6	8,6	1,25	14,5
	2,5	4,5	18,9	18,9	4,5	23,8
	3,0	4,7	10,6	10,6	4,7	44,3
C	Temperatur °C					
	50	4,3	18,9	18,9	4,3	22,7
	60	6,5	21,2	21,2	6,5	30,0
	70	9,9	23,6	23,6	9,9	42,0
	80	10,3	31,6	31,6	10,3	31,6
	85	14,6	33,6	33,6	14,6	44,3
	90	14,8	32,9	32,9	14,8	45,0
D	Elektrolysedauer Std					
	0,5	6,7	21,3	21,3	6,7	31.4
	1,0	10,0	31,6	31,6	10,0	31,6
	2,0	19,5	45,5	45,5	19,5	42,8
	4,0	19,1	44,8	44,8	19,1	42,6
E	p_H-Wert					
	4,9	19,5	45,5	45,5	19,5	42,8
	4,2	54,1	88,7	88,7	54,1	60,9
	3,5	71,5	99,0	99,0	71,5	72,2
	3,0	63,0	94,0	94,0	63,0	67,1
	2,4	49,3	85,5	85,5	49,3	57,6
	2,0	44,5	72,5	72,5	44,5	61,3
F	Rührgeschwindigkeit U/sec					
	0	71,5	99,0	99,0	71,5	72,2
	1	91,3	126,0	126,0	91,3	72,4
	5	157,2	193,0	193,0	157,2	81,4
	10	117,6	169,0	169,0	117,6	69,5
G	Elektrolytkonz. ml Vorratslösung (μC)					
	0,1 (20,36)	6,4	16,3	16,3	6,4	39,2
	1,0 (203,6)	157,2	193,0	193,0	157,2	81,4
	5,0 (1018,0)	556,0	611,0	611,0	556,0	91,0
	10,0 (2036,0)	885,0	986,0	986,0	885,0	89,7

gibt die Silberelektrode die besten Ergebnisse. In Übereinstimmung mit der Literatur wurde daher diese Elektrode zu den Versuchen benutzt.

Nach Abb. 3 B wird die Ausbeute mit zunehmender *Temperatur* größer. Die Versuche wurden bis zur Temperatur von 90° C fortgeführt. Diese Temperatur wurde bei allen folgenden Versuchen eingehalten. Verdampftes Wasser wurde ersetzt.

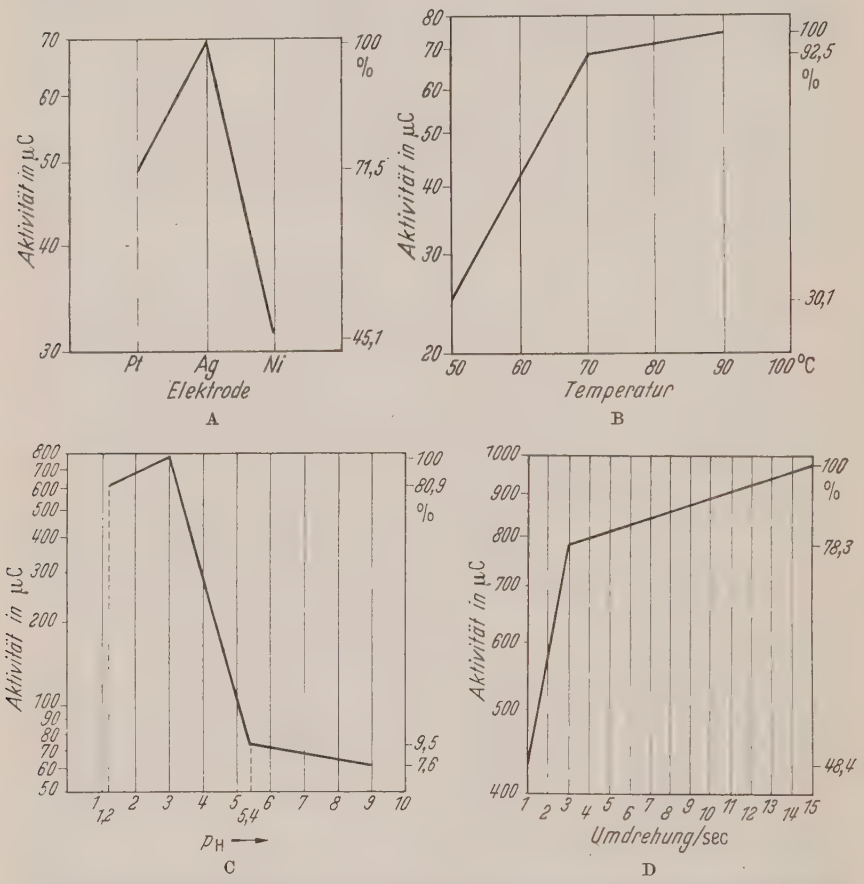
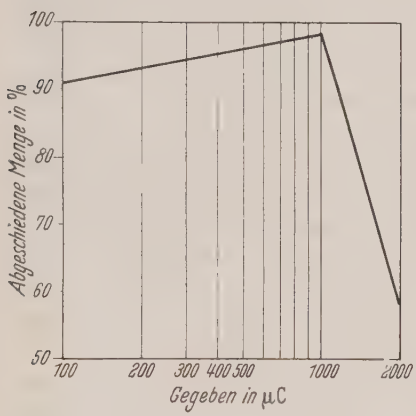


Abb. 3. Elektrolytische Abscheidung von Polonium aus ÄDTA-Lösung. A Einfluß des Elektrodenmaterials; B Einfluß der Temperatur; C Einfluß des pH-Wertes; D Einfluß der Elektrolytbewegung; E Einfluß der Elektrolytkonzentration; F Einfluß der Elektrolysedauer

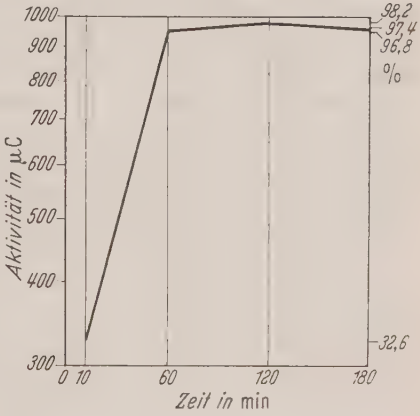
Versuchsbedingungen

	A	B	C	D	E	F
Elektrode	s. Text	Silber				
Elektrolyt: ml der Vorratslösung	5	5	5	5	0,5—10	5
pH-Wert	5,4	4,5	1,2—9,0	3	3	3
Dauer der Elektrolyse Std.	1	1	1	1	1	1/6—2
Temperatur, °C	70	50—90	90	90	90	90
Rührgeschwindigkeit, U/sec	3	3	3	1—15	15	15

Die weiteren Versuche zeigen, daß der günstigste *p_H-Wert* der Lösung bei p_H 3 liegt (Abb. 3C); die *Rührgeschwindigkeit* wird am besten auf 15 U/sec eingestellt (Abb. 3D). Die *Poloniumkonzentration* in 5 ml Lösung soll etwa 1000 μC entsprechen (Abb. 3E), für größere Poloniummengen ist die Elektrodenfläche zu klein. Größere spezifische Aktivität könnte man durch andere Methoden, z. B. durch Destillation in einer Quarzröhre



E



F

nach Rona u. Schmidt[16] erreichen. Die *Dauer der Elektrolyse* hat auf die Ausbeute keinen nennenswerten Einfluß, wenn man mindestens etwa 60 min elektrolysiert (Abb. 3F). Das geringe Absinken der Ausbeute bei einer Dauer von mehr als 120 min ist wahrscheinlich dadurch verursacht, daß etwas Polonium wieder in Lösung geht.

Einzelne Präparate des abgeschiedenen Poloniums wurden auf radiologische Sauberkeit geprüft. Gleich nach dem Abscheiden des Poloniums wurde eine geringe β-Aktivität in einer Menge von 1,76% gefunden. Auf Grund des Verlaufes des β-Zerfalls wurde festgestellt, daß es sich um reines Radium E handelt (die Anfangsaktivität der β-Strahlen sinkt im Laufe von 5 Tagen um 50%).

Zusammenfassung

Im ersten Teil der Arbeit wird ein Verfahren zur elektrolytischen Isolierung von Radium D aus ÄDTA-Lösung beschrieben. Verschiedene Formen und Anordnungen von Elektroden wurden untersucht und die im Jahr 1928 von Erbacher u. Philipp[9] benutzte als günstig bestätigt. Die hier verwendete Elektrode besteht aus Platinblech von 0,2 mm Stärke und 10×10 mm Kantenlänge, ist nur unbedeutend größer als die von Erbacher u. Philipp verwendete und schließt sich in ihrer Größe etwa den üblichen Standardpräparaten für Radium D an. Bei Aktivitätsbestimmungen werden dadurch geometrische Unterschiede zwischen Standardpräparat und Versuchspräparat möglichst ausgeschieden. Als

Elektrolysenspannung wurden 3,5 V gewählt. Diese Spannung liegt zwischen den von Erbacher[8] (4 V) und Spicyn[18] (2 V) vorgeschlagenen Werten. Dem Vorteil, der in der älteren Literatur für die niedrigere Elektrolysenspannung und damit radiologisch reiner abgeschiedenem Radium D angegeben wird, steht der Nachteil gegenüber, daß bei niedrigeren Spannungen die elektrolytische Abscheidung sehr lange, oft 100 und mehr Stunden, dauert. Auch die Menge an Radium E, die sich durch Zerfall bildet, steigt an. Es sei erwähnt, daß grundsätzlich wegen dieses Zerfalles radiologisch reine Radium D-Präparate nicht herstellbar sind. Bei einer Elektrolysentemperatur von 80° C beträgt die Abscheidungszeit für Radium D 2,5 Std. Die salpetersaure Lösung hat einen p_H-Wert von 3,5, ihre für die Abscheidung optimale Konzentration beträgt etwa 200 μC Radium D in 50 ml Wasser. Unter den gefundenen Bedingungen werden anodisch 77,5% der eingesetzten Menge Radium E aus ÄDTA-Lösung ohne Zugabe von Träger auf Platin abgeschieden. Der abgeschiedene Niederschlag ist ein Gemisch von Radium D und Radium E. Er enthält wie angegeben 77,5% der eingesetzten Menge RaE, außerdem 95% der eingesetzten Menge RaD.

Der zweite Teil der Arbeit beschäftigt sich mit der elektrochemischen Abscheidung des Poloniums aus ÄDTA-Lösung. Die verwendete Silberelektrode hat 10×10 mm Kantenlänge bei 0,2 mm Stärke und entspricht der von Erbacher[7] benutzten Elektrode. Standardpräparate für α-Aktivitäten haben ebenfalls diese Größe, so daß auch in diesem Falle geometrisch bedingte Fehler bei Aktivitätsbestimmungen ausgeschieden sind. Die günstigste Temperatur für die elektrochemische, nicht elektrolytische Abscheidung betrug 90° C, die Salzsäurekonzentration der Lösung entsprach dem p_H-Wert 3. Erbacher[8] arbeitet bei niedrigerem p_H-Wert, um die Bildung von pseudokoloidem Polonium zu vermeiden. Da jedoch, wie wir beobachteten, die Silberoberfläche infolge des durch α-Strahlen gebildeten Ozons in Silberperoxyd verwandelt wird und dieses das abgeschiedene Polonium als Mischkristall in Salzsäure unlöslich einbaut, kann der Salzsäuregehalt der Lösung auch beliebig höher sein. Die Bildung des Silberoxydes zeigt sich als brauner bis schwarzer Beschlag auf dem Silberblech, der jedoch bei einer elektrolytischen Abscheidung aus ÄDTA-Lösung nicht auftritt. Die Abscheidung des Poloniums verläuft mit über 98% weitgehend quantitativ, wenn für eine möglichst schnelle Bewegung der Lösung gesorgt wird. Der optimale Wert liegt bei 900 U/min. Die Dauer der Abscheidung betrug etwa 2 Std, frühere Veröffentlichungen[7,18] nennen Zeiten von über 250 Std.

Mit der angegebenen Methode lassen sich Standardpräparate von Radium D und Polonium auf Metallunterlagen ohne Träger durch elektrolytische oder elektrochemische Abscheidung aus ÄDTA-Lösung für dosimetrische Messungen herstellen.

Literatur

[1] Bagnall, K.: Quarterly Rev. AERE Harwell. — [2] Bales u. Rogers: Proc. Roy. Soc. (London), Ser. A **105**, 360 (1924). — [3] Burth, B. P.: Nucleonics 28—43, Aug. (1949). — [4] Dickey, E. E.: J. chem. Educat. **30**, 525 (1953); vgl. chem. Zbl. **1956**, 6569. — [5] Erbacher, O.: Z. physik. Chem. (A) **156**, 142 (1931). — [6] Erbacher, O.: Naturwissenschaften **20**, 390 (1932). — [7] Erbacher, O.: Z. physik. Chem. (A) **165**, 421 (1938). — [8] Erbacher, O.: Angew. Chem. **54**, 485 (1941). — [9] Erbacher, O., u. K. Philipp: Z. physik. Chem. (A) **151**, 309 (1928). — [10] Feldman, I., u. M. Frisch: Analyt. Chemistry **28**, 2024 (1956); vgl. diese Z. **157**, 370 (1957). — [11] Haissinsky, M., u. A. Coche: J. Physique **84**, 397 (1949). — [12] Kanne, W. R.: Physic. Rev. **52**, 380 (1937). — [13] Kirby, H. W.: Analyt. Chemistry **26**, 1063 (1954). — [14] Lee, D., u. W. F. Libby: Physic. Rev. **55**, 252 (1939). — [15] Radhakrishna, P.: J. Chim. physique **51**, 354 (1954). — [16] Rona, E., u. E. A. W. Schmidt: Z. Physik **48**, 784 (1928). — [17] Sasaki, Y.: Bull. chem. Soc. Japan **28**, 89 (1955); vgl. diese Z. **150**, 297 (1956). — [18] Spicyn u. a.: Methody práce s rad. indik. 171 (1957) Praha. — [19] Tompkins, P. C.: Nucl. Sci. Abs. 5, Supp. March, 2334 (1956). — [20] Vebersík, V.: J. prakt. Chem. **1**, 25 (1958). — [21] Vebersík, V., u. K. Horová: diese Z. **162**, 401 (1958).

Dr. Vlastimil Vebersík, Křesomyslova 10, Prag 14 (ČSR)

Hygiene-Institut in Prag (Tschechoslowakei)

Die colorimetrische Bestimmung von ε-Caprolactam

Von

J. Horáček und **Z. Malkus**

Unter der technischen Mitarbeit von

I. Schoberová

Mit 6 Textabbildungen

(Eingegangen am 27. Januar 1960)

Die im Fachschrifttum bisher veröffentlichten Arbeiten zur Bestimmung von ε-Caprolactam hängen vorwiegend mit der Frage der Bestimmung des Monomers im polymerisierten Material (Nylon 6, Capron, Silon, Polan, Perlon L, Igamid B) zusammen. Dazu sind verschiedene gravimetrische[6,8,12,21], maßanalytische[9,10,11], refraktometrische[17,19] und massenspektrometrische Methoden[1,2,7] vorgeschlagen worden. Außerdem ist es möglich, ε-Caprolactam durch Bestimmung des gesamten Stickstoffs[18] zu ermitteln oder nach der Hydrolyse Aminocapronsäure durch eine der bekannten Methoden, z. B. colorimetrisch[5,13,14], polarographisch[15,16,22] zu bestimmen. Andere Arbeiten behandeln die Bestimmung des ε-Caprolactams neben anderen Stoffen[3,20].

Wir hatten die Aufgabe, die Einwirkung verschiedener Flüssigkeiten auf die Polymerisationsprodukte zu studieren und die Mengen des in

Lösung gebrachten Monomers festzustellen. Dazu schien keine der bisher empfohlenen Methoden geeignet, sie waren teils zu wenig empfindlich, teils zeitraubend, teils erforderten sie kostspielige Geräte. Bergmann[4] machte nun in seiner Studie über die colorimetrische Bestimmung von Amiden in Form der Eisen(III)-komplexe der Hydroxamsäuren auf die Möglichkeit aufmerksam, auch das Caprolactam auf diesem Wege zu erfassen. Das Verfahren schien uns erfolgversprechend. Wir stellten deshalb systematische Versuche an, um die optimalen Arbeitsbedingungen zu ermitteln und störende Einflüsse nach Möglichkeit zu unterdrücken oder durch Anbringen einer Korrektur unschädlich zu machen. Über diese Versuche und ihre Ergebnisse soll im folgenden berichtet werden.

Experimenteller Teil

Das verwendete *ε-Caprolactam* war ein Erzeugnis der VEB Chem. Betriebe W. P. Žilina (Tschechoslowakei). Das Präparat wurde durch Umkristallisieren gereinigt.

ε-Aminocapronsäure wurde durch Hydrolyse von ε-Caprolactam mit verdünnter Salzsäure und Umkristallisieren des Rohproduktes aus Alkohol hergestellt.

Tabelle 1. *Einfluß der Konzentration des verwendeten Hydroxylaminsulfats*

mg ε-Caprolactam	Extinktion (E) bei Anwendung von 1 ml Hydroxylaminsulfatlösung von der Molarität		
	0,5 m	1 m	2 m
0,5	0,172	0,272	0,120
1,0	0,361	0,538	0,260

Weiter wurden α-Aminocapronsäure, Hydroxylaminhydrochlorid, Saccharose usw. teils fest, teils in Lösung angewendet.

Die meist verwendeten Vorratslösungen waren 1 m Hydroxylaminsulfatlösung, 4,5n Natronlauge, 4,5n Salzsäure und 0,74 m Eisen(III)-chloridlösung (20 g $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ in 0,1 n Salzsäure zum Volumen von 100 ml gelöst).

Die *photometrischen Messungen* erfolgten mit dem Spektrophotometer Coleman (USA), Modell 11 A, unter Anwendung der Küvetten von 16 mm Durchmesser und der Korrektionsfilter PC 4.

Das Wasserbad wurde durch Thermostaten auf die gewählte Temperatur eingestellt.

Durchführung der Versuche

Es handelt sich darum, den Einfluß der Konzentration, der Reaktionsteilnehmer und der sonstigen Bedingungen getrennt festzustellen, um danach die günstigste Arbeitsweise für die Bestimmung des ε-Caprolactams zu ermitteln. Es wurde also stets ein verfolgter Wert (z. B. die Temperatur oder die Konzentration eines Reaktionsteilnehmers) abgeändert, während die übrigen Werte und das ganze Arbeitsverfahren konstant waren. Für jede Messung wurde gleichzeitig der entsprechende Blindversuch vorgenommen. Man versetzte 1 ml Standardlösung von ε-Caprolactam (0,3—1,4 mg Caprolactam enthaltend) mit 1 ml Natronlauge sowie 1 ml Hydroxylaminsulfatlösung der angegebenen Konzentrationen, erhitzte, neutralisierte mit Salzsäure, kühlte und photometrierte

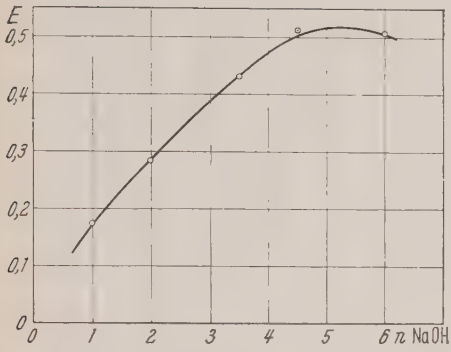


Abb. 1

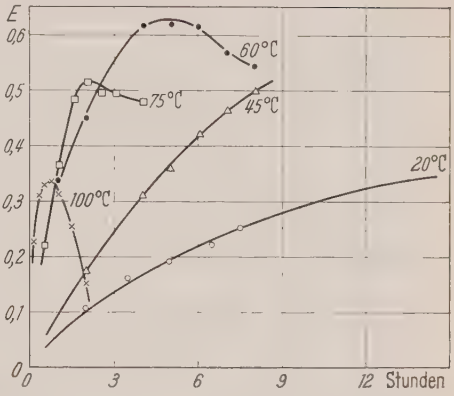


Abb. 2

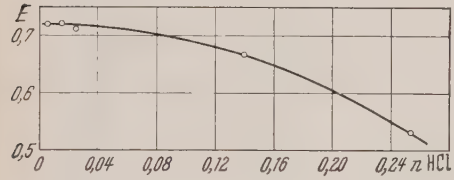


Abb. 3

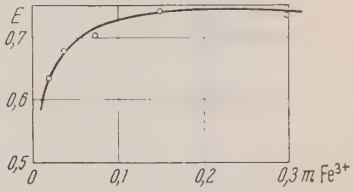


Abb. 4

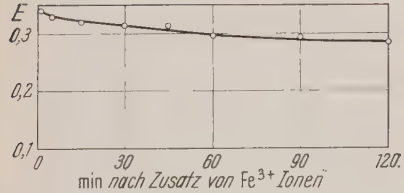


Abb. 5

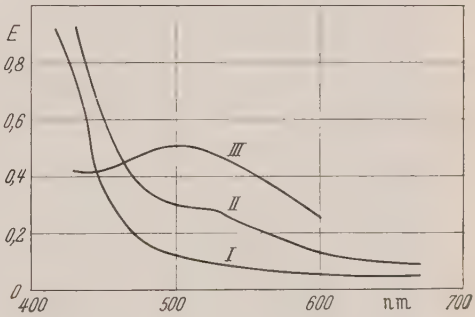


Abb. 6

Abb. 1. Einfluß der Konzentration des Natriumhydroxyds auf die Bildung des Hydroxamats. Zugesetzt wurde jeweils 1 ml Natronlauge von der auf der Abszisse angegebenen Molarität

Abb. 2. Einfluß der Temperatur und Reaktionszeit auf die Bildung des Hydroxamats. Variiert wurden die Temperatur und die Zeit, die sonstigen Bedingungen entsprachen der Arbeitsvorschrift S. 418

Abb. 3. Einfluß der Säurekonzentration auf die Farbintensität des Komplexes der Hydroxamsäure mit Eisenionen. Auf der Abszisse sind die HCl-Konzentrationen aufgetragen, die nach Neutralisation der Lauge im Überschuß vorhanden waren

Abb. 4. Abhängigkeit der Extinktion von der Konzentration an Eisen(III)-ionen (Mole/Liter)

Abb. 5. Farbänderung der Lösung in Abhängigkeit von der Zeit

Abb. 6. Absorptionskurven: *I* Blindversuch gemessen gegen Wasser; *II* Komplex aus 0,5 mg ε-Caprolactam (gemessen gegen Wasser); *III* Komplex aus 0,95 mg ε-Caprolactam (gemessen gegen den Blindversuch)

nach Zusatz von 1 ml 0,74 m Eisen(III)-lösung bei 500 nm gegen einen Blindversuch.

Aus den Abb. 1 und 2 und Tab. 1 sind die Einflüsse der Konzentration von Natriumhydroxyd und Hydroxylamin, der Reaktionszeit und der Temperatur zu entnehmen. Die Abb. 3 und 4 enthalten die Ergebnisse der Versuche mit wechselnden Aciditäten und Eisen(III)-ionenkonzentrationen, die zeitliche Änderung der Farbintensität der Lösung ist in Abb. 5 veranschaulicht. Abb. 6 schließlich enthält die notwendigen Absorptionsspektren.

Auf Grund dieser Versuche wird empfohlen, die *Bestimmung von ε-Caprolactam* nach folgender *Vorschrift* durchzuführen:

Man mischt in einer Proberöhre 1 ml 4,5 n Natronlauge und 1 ml 1 m Hydroxylaminsulfatlösung, gibt 1 ml neutrale Probelösung zu und hält 4,5 Std lang in einem Wasserbad auf einer Temperatur von 60 ± 1 °C. Nach dieser Zeit wird die Eprouvette herausgenommen und rasch abgekühlt. Zum Inhalt gibt man 1 ml 4,5 n Salzsäure und 1 ml 0,74 m $FeCl_3$-Lösung in 0,1 n Salzsäure, überträgt in einen 10 ml-Meßkolben und füllt mit Wasser zur Marke auf. 5—10 min nach Zusatz der Eisenlösung mißt man die Extinktion bei einer Wellenlänge von 500 nm und vergleicht mit einem gleichartig bereiteten Blindversuch. Bei zu großer Farbintensität werden Probe und Blindversuch 10fach verdünnt und erneut gemessen. Vor der Verdünnung setzt man so viel $FeCl_3$-Lösung zu, daß in 10 ml Endlösung 0,9 ml 0,74 m $FeCl_3$-Lösung enthalten sind. Es wird empfohlen, die Erwärmung, insbesondere bei Verwendung einer Eichkurve in Eprouvetten gleichen Durchmessers und gleicher Glasstärke vorzunehmen.

Das Lambert-Beersche Gesetz ist im Bereich 0,02—1,7—15 mg ε-Caprolactam (nach Verdünnung) erfüllt. Bei Einhaltung der Arbeitsbedingungen ist der Fehler der Bestimmung nicht größer als 4%.

Ergebnisse und Diskussion

Die in der Arbeitsvorschrift empfohlene Fe^{3+}-Konzentration in der colorimetrischen Endlösung ist nur etwa halb so hoch (0,074 m) als sie nach Abb. 4 sein sollte (0,14 m). Die niedrigere Eisenkonzentration wurde deshalb gewählt, weil bei der optimalen Eisenmenge kleine Caprolactammengen (unter 10 μg/ml) nicht festgestellt werden konnten und ferner deshalb, weil sich bei der optimalen Eisenkonzentration eine zu stark gefärbte Blindlösung ergab. Der Extinktionsunterschied zwischen der angewendeten und der optimalen Konzentration ist klein (siehe Abb. 4) und hat daher bloß einen geringen Einfluß auf die Neigung der Eichgeraden. Die Bestimmung höherer Caprolactamkonzentrationen kann durch Verdünnen der bereits gefärbten Lösung erfolgen.

Beim Versuch der Bestimmung von Aminocapronsäuren (α, ε) nach dem beschriebenen Verfahren wurde festgestellt, daß die Farbintensität der resultierenden Lösung bei der ε-Aminosäure um mehr als 2 Größenordnungen niedriger ist als bei der Bestimmung von Lactam und daß

sich die Farbstärke der Endlösung bei der Bestimmung der α-Säure von der des Blindversuches nicht unterscheidet. Daher vermuten wir, daß unter den beschriebenen experimentellen Bedingungen die Aminocapronsäuren mit alkalischem Hydroxylamin nicht unter Bildung von Hydroxamat reagieren; die entstandene schwache Verfärbung bei der ε-Aminocapronsäure schreiben wir der Reaktion allfälliger Verunreinigungen zu, insbesondere einem Gehalt an ε-Caprolactam. Die in Abb. 2 veranschaulichte Tatsache, daß die bei höheren Temperaturen erhaltenen Lösungen nach Erreichen eines Farbmaximums alsbald wieder verblassen, kann nach dem vorstehend Gesagten nicht nur durch einen Zerfall des Hydroxamats, sondern auch durch gleichzeitige Hydrolyse des ε-Caprolactams im alkalischen Medium zu dem Salz der Aminocapronsäure erklärt werden. Ähnliches kann bei Anwendung höherer Hydroxydkonzentrationen angenommen werden (siehe Abb. 1).

Tabelle 2

Einfluß des Natriumchlorids auf die Farbintensität des Hydroxamsäure-Fe_3^+-Komplexes

	Extinktion (E)	
	für 0,5 mg ε-Caprolactam	für 1,0 mg ε-Caprolactam
Lösung von Caprolactam in 0,5 m NaCl-Lösung	0,234	0,502
1 ml 0,5 m NaCl-Lösung vor Bildung des Farbkomplexes zugesetzt	0,257	0,523
1 ml 0,5 m NaCl-Lösung vor Ergänzung auf 10 ml zugesetzt	0,272	0,537

Wir verfolgten ferner den Einfluß einiger Verbindungen auf den Verlauf der Bildung der Hydroxamsäure und die Farbintensität ihres Eisenkomplexes. Es zeigte sich, daß Saccharose keinen merkbaren Einfluß auf die Farbe hat, während Alkohole in größeren Konzentrationen die Bestimmung von ε-Caprolactam verhindern. In Lösungen von Salzen ergibt sich eine niedrigere Farbintensität als in der gleich konzentrierten Lösung des Caprolactams in reinem Wasser. Durch Zusetzen von Natriumchloridlösung zu der Reaktionsmischung in verschiedenen Stadien haben wir festgestellt, daß Natriumchlorid hauptsächlich die Bildung der Hydroxamsäure aus dem Lactam beeinflußt, aber auf die Bildung des Komplexes der Hydroxamsäure mit Eisenionen einen geringeren Einfluß ausübt (siehe Tab. 2). Dieser Salzfehler könnte durch die Veränderung der Reaktionsbedingungen, namentlich der Erwärmungszeit, gegebenenfalls der Temperatur, kompensiert werden. Geeigneter jedoch ist die Verwendung einer in Anwesenheit der Salze gewonnenen Eichkurve. Der Einfluß der Salze ist in einem weiten Konzentrationsbereich (0,5—3,0 n) im ganzen gleich. Ebenso hat die Art des Elektrolyts eine verhältnismäßig geringe Bedeutung. Doch ist festzustellen, daß der störende Einfluß in der Reihe KCl, Na_2SO_4, NaCl steigt.

Interessant ist, daß bei Verwendung des Hydroxylaminsulfats weit bessere Ergebnisse erzielt werden, als bei Anwendung der gleichen Molarkonzentration an Hydroxylaminhydrochlorid. Im letzten Fall ergibt sich eine wesentlich geringere Farbintensität. Die Erscheinung wurde nicht näher studiert, doch kann sie, wie angeführt worden ist, durch den störenden Einfluß von Chloriden erklärt werden.

An Hand der Eichkurven haben wir festgestellt, daß man größere Caprolactammengen bestimmen kann, indem man die bereits gefärbte Lösung zehnfach verdünnt. Wegen des geringen Säureeinflusses (die Farbintensität ist in 0,01 n und 0,001 n Säure nahezu gleich; siehe Abb. 3) ist es dabei nicht notwendig, nach der Verdünnung die ursprüngliche Säurekonzentration wieder herzustellen, dagegen muß die Fe^{3+}-Konzentration, wie bereits angeführt worden ist, genau eingestellt werden, und die Messung muß gegen den auf gleiche Weise verdünnten Blindversuch erfolgen.

Die beschriebene colorimetrische Methode wurde mit Erfolg beim Studium des Auslaugens von ε-Caprolactam aus Polycaprolactam mit verschiedenen Flüssigkeiten angewendet.

Zusammenfassung

Es wurden eingehend die Bedingungen für die colorimetrische Bestimmung des ε-Caprolactams auf Grund der Überführung in den rotvioletten Eisen(III)-komplex des Hydroxamats studiert. Eine passende Arbeitsvorschrift wurde entwickelt, die es ermöglicht, das Caprolactam im Konzentrationsbereich von 0,002—15,0 mg/ml zu bestimmen. Die Störeinflüsse gewisser Beimengungen des Caprolactams wurden untersucht und Hinweise auf die Beseitigung der Störungen gegeben. Das Verfahren ist zur Bestimmung des aus dem Polymer ausgelaugten ε-Caprolactams geeignet.

Literatur

[1] Achhammer, B. G., F. W. Reinhart u. G. M. Kline: J. Res. nat. Bur. Standards **46**, 391 (1951); J. appl. Chem. **1**, 301; vgl. Chem. Abstr. **45**, 10662g (1951). — [2] Achhammer, B. G., F. W. Reinhart u. G. M. Kline: Nat. Bur. Standards Circ. **525**, 253 (1953); vgl. Chem. Abstr. **48**, 7927c (1954). — [3] Bennett, R. D.: Canad. Textile J. **66**, 58 (1949); vgl. Chem. Abstr. **47**, 4089f (1953). — [4] Bergmann, F.: Analyt. Chemistry **24**, 1367 (1952); vgl. diese Z. **143**, 370 (1954). — [5] Borchers, R.: Analyt. Chemistry **31**, 1179 (1959); vgl. diese Z. **174**, 319 (1960). — [6] Brown, C. J., A. Hill u. P. V. Youle: Nature (London) **177**, 127 (1956). — [7] Čermák, V., u. V. Hanuš: Chem. Průmysl **9**, 235 (1959). — [8] ČSN 64 3611 (Tschechoslowakische staatliche Norm), Prag 1959. — [9] Franc, J., u. J. Knížek: Chem. Listy **51**, 72 (1957); vgl. diese Z. **161**, 74 (1958). — [10] Goczczynski, S.: Chem. analit. (Warszawa) **3**, 123 (1958). — [11] Goldblatt, M. V., M. E. Farquharson, G. Bennett u. B. M. Askew: Brit. J. Ind. Med. **11**, 1 (1954). — [12] Hanford, W. E., u. R. M. Joyce: J. Polymer Sci. **3**, 167 (1948); vgl. Chem. Abstr. **42**, 4391c (1948). — [13] Hrabáně, J., u. Mitarb.: Laboratoriumstechnik und Methodik in der medizinischen Biochemie (Laboratorní technika a

metodika v lékařské biochemii). Staatl. Gesundheitsverlag Prag, 1957, S. 390. — [14] Kácl, K., u. M. Ledvina: Chem. Listy **47**, 242 (1953); vgl. diese Z. **142**, 48 (1954). — [15] Lindner, K.: Acta chim. Acad. Sci. hung. **9**, 353 (1956). — [16] Martin, A. J. P., u. R. Mittelmann: Biochemic. J. **43**, 355 (1948). — [17] Morávek, J.: Chem. Průmysl **6**, 466 (1956). — [18] Roubal, J., V. Šedivec u. V. Vašák: Čs. Hygiena, Epidem. Mikrobiol. **4**, 66 (1955). — [19] Schenker, H. H., C. C. Casto u. P. W. Mullen: Analyt. Chemistry **29**, 825 (1957); vgl. diese Z. **160**, 75 (1958). — [20] Shinozaki, T.: Bull. Nagoya Inst. Technol. **4**, 163 (1952); vgl. Chem. Abstr. **48**, 3034d (1954). — [21] van Velden, P. F., G. M. van der Want, D. Heikens, Ch. A. Kruissing, P. H. Hermans u. A. J. Staverman: Recueil Trav. chim. Pays-Bas **74**, 1376 (1955). — [22] Zahradník, R., u. L. Jenšovsky: Chem. Listy **48**, 11 (1954).

Dipl.-Ing. Z. Malkus, Hygiene-Institut, Prag 12, Šrobárova 48 (Tschechoslowakei)

Chemistry Department, Faculty of Science, Cairo and Assiut University, Egypt, U.A.R.

Oxidation with Manganate Solutions

IV. Determination of Monovalent Thallium*

By

I. M. Issa and **M. G. E. Allam**

With 4 Figures in the Text

(Received February 4, 1960)

In a series of publications[2, 4, 5, 6], using potassium permanganate as an oxidant, monovalent thallium was applied as a reagent for the back titration of excess potassium permanganate. The reason for this choice is that the reaction between permanganate and monovalent thallium is more or less rapid and takes place quantitatively within a wide range of alkalinity.

Thus in the titration of monovalent thallium with potassium permanganate, the alkalinity can be varied from 0.05 up to 2.5 N[7]. The inflections at the end point are so large that solutions as dilute as $5.5 \cdot 10^{-5}$ N can be titrated successfully with a reasonable inflection at the end point. The titration of potassium permanganate was found to take place also quantitatively both in the presence or absence of barium ions[8]. In the absence of Ba^{2+} ions telluric acid should be present in order to prevent permanganate from passing to lower states of oxidation than MnO_2.

In this investigation, it is aimed to study the reaction between manganate and monovalent thallium. In the titration of potassium permanganate with thallous solutions it was found that the reaction is rapid so long as the permanganate ions are involved in the reaction.

* Part III: Issa, I. M., and M. G. E. Allam: Z. analyt. Chem. **175**, 103 (1960).

After the first inflection corresponding to the MnO_4^-/MnO_4^{2-} step, the rate of attainment of equilibrium becomes slow showing that the reaction of monovalent thallium with manganate is less rapid than the reaction with permanganate.

Experimental

The manganate solutions were prepared and standardised as given in a previous investigation[10]. *The monovalent thallium solution* was prepared from A.R. thallium(I) sulphate and standardised by the method of Issa and Issa[7].

Other reagents used are: 5 M sodium hydroxide, 5% telluric acid and AnalaR sodium chloride as a catalyst.

Results and Discussion

The reaction between monovalent thallium and potassium manganate takes place according to:

$$Mn^{6+} + Tl^+ \rightarrow Mn^{4+} + Tl^{3+}.$$

It is possible from a knowledge of the redox potential of the MnO_4^{2-}/MnO_2 and Tl^{3+}/Tl^+ systems in alkaline medium to determine the equilibrium constant of the reaction K and its degree of completion α. Taking the redox potential of the said systems as equal to 0.515 V and −0.05 V respectively[11] one obtains for K and α the values $7.05 \cdot 10^{-20}$ and $2.66 \cdot 10^{-10}$ which indicate that the reaction takes place quantitatively.

Oxidation of Monovalent Thallium using Potassium Manganate Solution

The titration of monovalent thallium with manganate solution in the absence of telluric acid does not take place quantitatively. Errors varying from 1.38 to 8.1% were observed. The end points are attained earlier than theoretical values indicating without doubt the formation of oxidation products lower than MnO_2.

In presence of telluric acid on the other hand, better results are obtained as can be seen from the data shown in Tables 1 and 2. When the reaction is carried out at ordinary temperature (about 20° C), the errors amounted to $\sim 1.5\%$. The end points in this case are attained earlier than the theoretical values (cf. Table 1). This cannot be attributed to the formation of states of oxidation of manganese lower than MnO_2 because of the presence of sufficient amounts of telluric acid (Mn:Te = 1:5—1:7). Owing, however, to the sluggishness of the reaction near the end point which usually requires about 6—10 minutes for the attainment of the equilibrium near the end point, it is evident that the early end points are due to delayed equilibrium near the end of the reaction (i.e. the real end point is still coming). This idea is confirmed by accelerating the reaction with a catalyst such as 10% NaCl and heating the reaction mixture to 45—50° C. Under these latter conditions the equilibrium requires 2 minutes at the beginning of the titration and

6 minutes at the end points, these being concordant with the theoretical values (cf. Table 2).

The curves shown in Figs. 1 and 2 indicate that the end points are associated with reasonable inflections which amount to ~ 100 mV per 0.1 ml of titrant. This value is smaller than the inflections obtained in

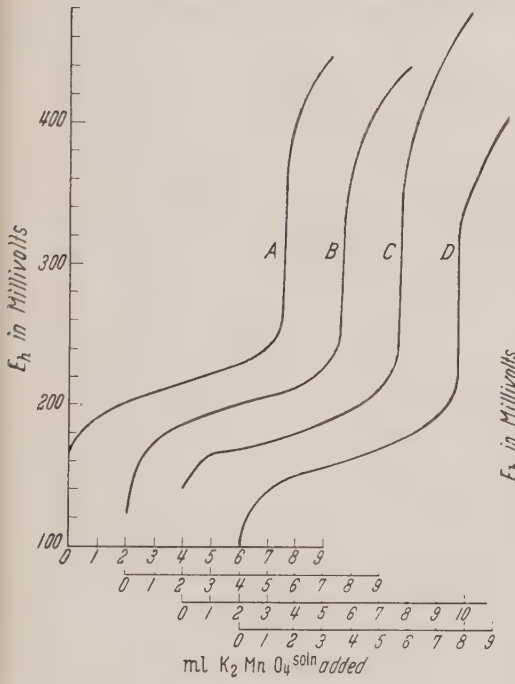


Fig. 1

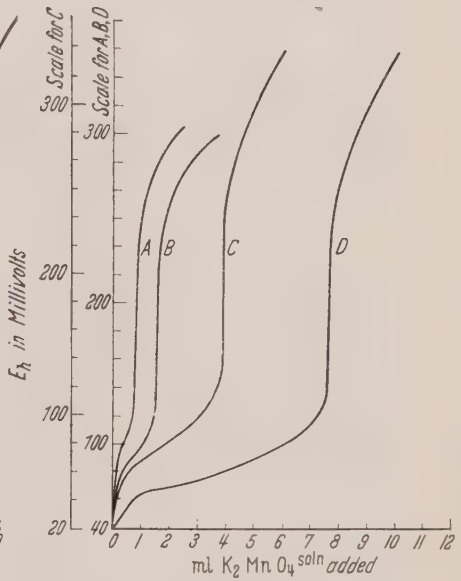


Fig. 2

Fig. 1. Titration of 10 ml of 0.02964 N Tl^+ solution with 0.0778 N K_2MnO_4 solution in presence of telluric acid and NaCl as a catalyst at 45—50° C. *A* 0.25 M NaOH; *B* 0.5 M NaOH; *C* 1 M NaOH; *D* 2 M NaOH

Fig. 2. Titration of 0.02964 N Tl^+ solution with 0.0778 N K_2MnO_4 solution in 1 N NaOH and in presence of NaCl as a catalyst and telluric acid at 45—50° C. *A* 1 ml Tl^+; *B* 2 ml Tl^+; *C* 5 ml Tl^+; *D* 10 ml Tl^+

titrations involving permanganate solution instead of manganate. During the titration a turbidity is obtained half way to the end point which turns to brownish as the end point is approached. The lower the alkalinity the solution, the earlier the appearance of the precipitate.

As may be observed from the titration curves in Figs. 1 and 2, the potential of the Tl^{3+}/Tl^+ system tends to assume less negative values by increasing the alkalinity of the solution and by increasing the concentration of monovalent thallium. This can be attributed to the increase in the reducing power of monovalent thallium as can be seen from the following results:

Table 1. *Oxidation of Monovalent Thallium with Manganate Solution at 20° C*

Conc. of alkali N	Vol. of Tl^+ ml	Max. Inflec. per 0.1 ml	Vol. of K_2MnO_4 ml	Normality of thallium found	Error %
Titration of 0.02964 N Tl^+ with 0.0492 N manganate in presence of telluric acid and absence of NaCl:					
0.5	5	56	5.93	0.02918	−1.55
2	5	89	5.93	0.02918	−1.55
0.2	5	54	5.95	0.02927	−1.25
1	10	73	11.85	0.02915	−1.65
1	2	101	2.41	0.02964	—
1	3	92	3.6	0.02952	−0.40
Titration of 0.02964 N Tl^+ with 0.0492 N manganate in absence of both telluric acid and sodium chloride:					
1	5	70	5.6	0.0276	−6.88
Titration of 0.02964 N Tl^+ with 0.0772 N manganate in presence of telluric acid and 10% NaCl:					
0.5	10	79	7.61	0.02940	−0.81
2	10	117	7.64	0.02950	−0.82

Table 2. *Oxidation of Monovalent Thallium with 0.0778 N K_2MnO_4 at 45—50° C in Presence of 10% NaCl as Catalyst*

Conc. of alkali N	Vol. of Tl^+ ml	Max. inflec. per 0.1 ml K_2MnO_4	Vol. of K_2MnO_4 added	Normality of Tl^+ found	Error %
Titration of 0.0741 N Tl^+ with 0.0778 N K_2MnO_4 in presence of telluric acid:					
0.2	4	78	7.61	0.0740	−0.13
0.5	4	95	7.59	0.0740	−0.13
1	4	93	7.62	0.0741	—
1.7	4	94	7.63	0.0742	0.13
2.5	4	99	7.63	0.0742	0.13
1	1	110	1.9	0.0739	−0.27
1	2	96	3.82	0.0743	0.27
1	8	81	15.23	0.0741	—
1	10	75	19.02	0.0740	−0.13
Titration of 0.02964 N Tl^+ with 0.0778 N K_2MnO_4 in presence of telluric acid:					
0.25	10	79	7.6	0.02956	−0.27
0.5	10	57	7.63	0.02968	0.13
1	10	90	7.61	0.02960	−0.13
2	10	90	7.65	0.02970	0.37
1	1	112	7.67	0.02983	0.64
1	2	107	1.53	0.02975	0.37
1	5	102	3.83	0.02979	0.51
Titration of 0.0741 N Tl^+ with 0.0778 N K_2MnO_4 in absence of both telluric acid and NaCl:					
1	4	70	7	0.0681	−8.10
1	4	61	7.16	0.0696	−8.07
Titration of 0.02964 N Tl^+ with 0.0778 K_2MnO_4 in absence of both telluric acid and NaCl:					
2	10	50	7	0.02723	−1.38

A) Thallous solution titrated, (a) 10 ml 0.0741 N					
Alkalinity:	2.5	1.7	1	0.5	0.2
Formal redox potential:	0.142	0.158	0.186	0.206	0.228
(A′) Thallous solution titrated, (b) 10 ml 0.02964 N					
Alkalinity:	2	1	0.5	0.25	
Formal redox potential:	0.164	0.182	0.200	0.215	
B) Alkalinity 1 N, Tl^+ soln.: 0.0741 N					
Vol. of Tl^+ soln. titrated:	10	8	2	1	
Formal redox potential:	0.174	0.172	0.186	0.182	
(B′) Alkalinity 1 N, Tl^+ soln.: 0.02964 N					
Vol. of Tl^+ soln. titrated:	10	5	2	1	
Formal redox potential:	0.182	0.182	0.192	0.202	

Reduction of Manganate Solutions with Monovalent Thallium

As in the titration of monovalent thallium with manganate solution, the titration of manganate with thallous solutions gives inaccurate

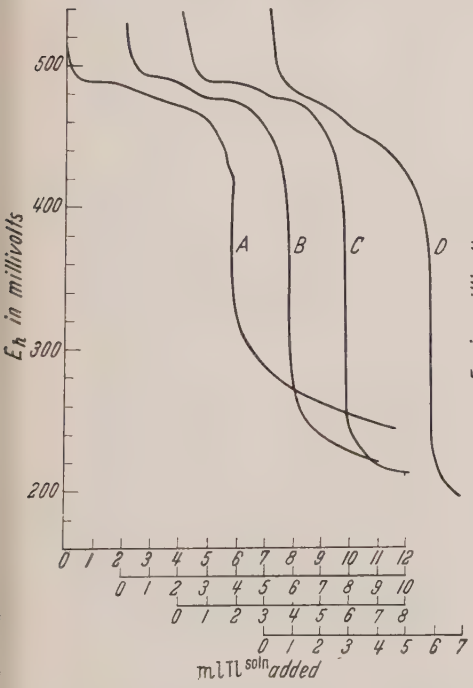


Fig. 3

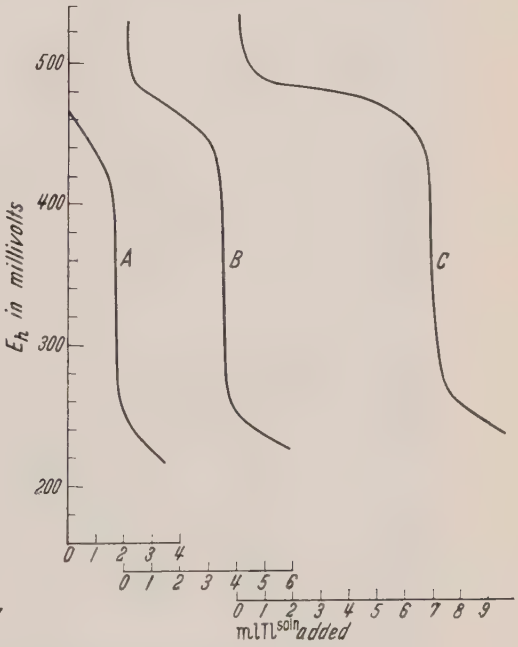


Fig. 4

Fig. 3. Titration of 10 ml of 0.0854 N K_2MnO_4 solution with 0.0741 N Tl^+ solution. *A* 0.2 M NaOH; *B* 0.5 M NaOH; *C* 1 M NaOH; *D* 2 M NaOH

Fig. 4. Titration of 0.0509 N K_2MnO_4 solution with 0.02954 N Ti^+ solution in 0.5 M NaOH. *A* 2 ml K_2MnO_4; *B* 4 ml K_2MnO_4; *C* 8 ml K_2MnO_4 solution

results in the absence of telluric acid which can be attributed to the same cause. The reaction is sluggish and needs more than 10 minutes for

Table 3. *Reduction of Manganate Solutions with Monovalent Thallium*

Conc. of alkali N	Vol. of K_2MnO_4 ml	Max. inflec. per 0.1 ml Tl^+	Vol. of Tl^+ added	Normality of Tl^+ found	Error %
Titration of 0.0592 N K_2MnO_4 with 0.0741 N Tl^+ in presence of telluric acid:					
1	10	112	4.01	0.0594	0.34
2	10	141	3.99	0.0591	−0.17
Titration of 0.0854 N K_2MnO_4 with 0.0741 N Tl^+ in presence of telluric acid:					
0.2	10	73	5.75	0.0852	−0.23
0.5	10	94	5.76	0.0854	—
1	10	126	5.77	0.0855	0.12
2	10	125	5.75	0.0825	−0.23
Titration of 0.0512 N K_2MnO_4 with 0.02964 N Tl^+ in presence of telluric acid:					
0.1	5	84	4.32	0.0512	—
0.5	5	101	4.34	0.05145	0.48
Titration of 0.0509 N K_2MnO_4 with 0.02964 N Tl^+ in presence of telluric acid:					
0.5	8	81	6.93	0.05135	0.88
0.5	4	96	3.45	0.0511	0.39
0.5	2	108	1.7	0.0504	−0.98
Titration of 0.0509 N K_2MnO_4 with 0.02964 N Tl^+ in absence of telluric acid:					
1	5	95	4.51	0.0535	5.11
Titration of 0.0854 N K_2MnO_4 with 0.0741 N Tl^+ in absence of telluric acid:					
0.5	5	90	2.99	0.0886	3.75

the attainment of equilibrium. When the reaction is carried out in presence of telluric acid it is slightly accelerated needing $\sim$ 3 minutes at the beginning of the titration and $\sim$ 10 minutes at the end point, but the latter points are concordant with the theoretical (Table 3). Contrary to the direct titration of monovalent thallium the titration of the manganate with thallous solutions is more sluggish. The inflections at the end point are somewhat larger and increase with the rise of the alkalinity of the solution. The sluggishness of the reaction between manganate and monovalent thallium confirms previous observation made by Issa and Issa[8], who found that the reduction of permanganate with monovalent thallium was quite rapid at the beginning of the titration and became sluggish as the end point of the MnO_4^{2-}/MnO_2 step is approached. Before the latter end point is reached only the manganate ions are involved in the reaction.

The titration curves in Figs. 3 and 4 are characterised by an initial rapid decrease in potential to less positive values. This is followed by a region in which the potential changes slowly on further adding the Tl^+ solution. In some cases this region exhibits especially in the case of more concentrated manganate solutions some irregularities which might be due to the formation of hypomanganate. The MnO_4^{2-}/MnO_4^{3-} step is not as clear as in the titration of manganate solutions with tellurite[3].

Oxidation of Monovalent Thallium with Manganate using Arsenite for Back Titrating Excess Manganate

In a previous investigation it has been shown that the reaction between manganate and arsenite is more or less rapid especially in 0.2 N NaOH and takes place quantitatively[1,10]. Advantage is taken of this fact to determine monovalent thallium by mixing with excess of potassium manganate followed by back titrating the excess manganate with sodium arsenite. The results given in Table 4 show that this method gives accurate results which are concordant with the theoretical values. Unlike

Table 4. *Oxidation of 0.0741 N Monovalent Thallium with 10 ml 0.0792 N Manganate using 0.0548 N Arsenite for Back Titration of Excess Oxidant*

Alkali conc. N	Vol. of Tl^+ ml	Max. inflec. per 0.1 ml arsenite	Normality of thallium found N	Vol. of arsenite consumed ml	Error %
0.2	4	86	0.0738	1.84	−0.4
0.2	3	90	0.0741	3.17	—
0.2	2	94	0.0742	4.52	0.13
0.2	1	108	0.0743	5.87	0.27

the behaviour observed with pure manganate, the reaction is less rapid when thallium is present in the reaction mixture and the inflections at the end point are less sharper. This is without doubt brought about by the effect of thallic hydroxide precipitated on the surface of the platinum electrode especially in the more alkaline solution.

Summary

The reaction between Tl^+ solutions and manganate is sluggish. In the titration of Tl^+ with manganate solution the end points are always attained earlier than the theoretical. When the reaction is accelerated by NaCl and heating to 45—50° C the end points were found to be concordant with the theoretical values. Titration of manganate with Tl^+ solutions gives accurate results in presence of telluric acid but not in its absence. It is also possible to determine Tl^+ by oxidation with an excess of K_2MnO_4 using arsenite as a back titrant for excess oxidant.

References

[1] den Boef, G., J. den Boef-Nugteren u. B. van Laar: Z. analyt. Chem. **166**, 422 (1959). — [2] Issa, I. M., and A. A. Abdul Azim: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **14**, 217 (1956); cf. Z. analyt. Chem. **154**, 153 (1957). — [3] Issa, I. M., M. G. E. Allam and M. M. A. Amer: Z. analyt. Chem. **172**, 87 (1960). — [4] Issa, I. M., and I. M. El-Sherif: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **14**, 300 (1956); cf. Z. analyt. Chem. **154**, 364 (1957). — [5] Issa, I. M., and I. M. El-Sherif: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **15**, 4 (1956); cf. Z. analyt. Chem. **155**, 372 (1957). — [6] Issa, I. M.,

A. H. Fathalla and R. M. Issa: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **14**, 573 (1956); cf. Z. analyt. Chem. **155**, 350 (1957). — [7] Issa, I. M., and R. M. Issa: Analyst **79**, 771 (1954); cf. Z. analyt. Chem. **148**, 213 (1955/56). — [8] Issa, I. M., and R. M. Issa: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **13**, 323 (1955); cf. Z. analyt. Chem. **152**, 284 (1956). — [9] Issa, I. M., and R. M. Issa: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **14**, 578 (1956); cf. Z. analyt. Chem. **155**, 368 (1957). — [10] Issa, I. M., H. Khalifa and M. G. E. Allam: Z. analyt. Chem. **172**, 21 (1960). — [11] Latimer, W. M.: Oxidation Potentials, Prentice Hall, 2nd Edit. 1959, p. 167.

Dr. I. M. Issa, Chemistry Department, Faculty of Science, University of Assiut, Assiut, Egypt (U.A.R.)

Aus dem Institut für die Prüfung und Kontrolle von Arzneimitteln, Zagreb, Jugoslawien

Über die Bestimmung der Trockensubstanz in der Milch sowie des Wassergehaltes in der Butter und des Extraktes von Wein mit wasserfreiem Natriumsulfat bzw. Infusorienerde als Verteilungsmittel*

Von

V. N. Njegovan und **M. Kranjčević**

(Eingegangen am 18. Februar 1960)

In einer früheren Mitteilung[4] konnten wir zeigen, daß zur Bestimmung der Trockensubstanz in der Milch und des Extraktes von Wein das wasserfreie Natriumsulfat verwendet werden kann.

Die Wirkung des Natriumsulfats wird durch folgende Gleichung dargestellt:

$$Na_2SO_4 + 10\,H_2O \rightleftharpoons Na_2SO_4 \cdot 10\,H_2O.$$

In erster Phase, von links nach rechts, wird das Wasser an das wasserfreie Natriumsulfat gebunden und in der zweiten Phase, von rechts nach links, verwittert das gebundene Kristallwasser. Beide Phasen verlaufen bei gewöhnlicher Temperatur, die erste bei Atmosphärendruck, die zweite im Vakuum von 10 mm über konz. Schwefelsäure.

Bei der Trockensubstanzbestimmung in der Milch bzw. bei der Bestimmung des Weinextraktes verwendeten wir stets das wasserfreie Natriumsulfat, welches durch spontane Entwässerung des 10-Hydrates im Vakuum über konz. Schwefelsäure bei Zimmertemperatur erhalten worden war.

Inzwischen hatten F. C. Kracek u. C. J. Ksanda[2] sowie F. C. Kracek u. R. E. Gibson[1] festgestellt, daß das wasserfreie Natriumsulfat zwischen

* Vorgetragen auf dem I. Kongreß für reine und angewandte Chemie Jugoslawiens, Zagreb, Juni 1960.

195° und 250° C in fünf polymorphen Modifikationen vorkommt. Diese Erkenntnis veranlaßte uns, die Frage der Darstellung des entwässerten Natriumsulfates zur Bestimmung der Trockensubstanz in der Milch, des Wassers in der Butter und des Weinextraktes näher zu prüfen. Dabei erwies sich, daß das bei 100—105° C getrocknete Natriumsulfat das Wasser viel schwerer bindet als das spontan entwässerte, was als ein Nachteil anzusehen ist.

Vergleichsweise prüften wir auch, ob neben dem wasserfreien Natriumsulfat noch eine andere Substanz verwendbar wäre. Dabei zeigte sich die gereinigte Infusorienerde (Terra silicea purificata, Merck) als sehr geeignet.

Experimenteller Teil

Verhalten des wasserfreien Natriumsulfates gegen Wasser

Kristallisiertes Natriumsulfat, $Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$ wurde auf dem Wasserbad erwärmt, die entstandene flüssige Phase wurde von dem festen Bodenkörper, dem wasserfreien Natriumsulfat, durch Abfiltrieren getrennt. Das wasserfreie Natriumsulfat wurde dann bei 100—105° C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und dabei von Zeit zu Zeit verrieben. In einem Wägegläschen von 8 cm Durchmesser und 3 cm Höhe wurden je 5,0000 g des so bereiteten Salzes abgewogen und mit dem Glasstäbchen gleichmäßig auf dem Boden des Gefäßes verteilt. Anschließend wurden 6,33 g Wasser zugesetzt, (das sind 10 Mole H_2O auf 1 Mol Na_2SO_4). Der Versuch wurde 8mal wiederholt. In keinem Fall konnte aber das Wasser, selbst nach 1,5—2stündigem Stehen, vollkommen gebunden werden. Nach dieser Zeit war noch immer die Wasserphase vorhanden.

Das so gewonnene Präparat kann somit nicht für die Trockensubstanzbestimmung verwendet werden.

Setzen wir aber der abgewogenen Menge des obigen Salzes nur 1,5 bis 2 ml Wasser zu und lassen das so angefeuchtete Salz bei gewöhnlicher Temperatur im Vakuum von 10 mm über konz. Schwefelsäure stehen, so erhalten wir nach 8 Std ein vollkommen trockenes Pulver von wasserfreiem Natriumsulfat. Setzen wir jetzt dem so bereiteten Salz 6,33 g Wasser zu, so bilden sich innerhalb 10—20 min nach zeitweisem Vermischen mit dem Glasstab feste Kristalle $Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$, während die flüssige Phase vollkommen verschwunden ist.

Parallelbestimmungen der Trockensubstanz in der Milch mit Natriumsulfat und Infusorienerde

Zur Bestimmung mit der Infusorienerde verwendeten wir Wägegläschen von 6 cm Durchmesser und 3 cm Höhe, mit hineinpassendem Glasstäbchen. Im Wägegläschen wurden rund 2 g Infusorienerde genau abgewogen. Darauf wurden 2 ml gut homogenisierter Milch zugesetzt und wieder gewogen. Nachdem die abgewogene Milchmenge mit dem Glasstäbchen mit der Infusorienerde gut durchgemischt worden war, wurde das Wägegläschen im Exsiccator über konz. Schwefelsäure bei Vakuum von 10 mm stehen gelassen und nach 8stündigem Trocknen gewogen. Nach 14 Std wurde die Gewichtskonstanz kontrolliert. (Siehe Tab. 1.)

Die Infusorienerde eignet sich also zur Bestimmung der Trockensubstanz ebensogut wie das wasserfreie Natriumsulfat.

Parallelbestimmungen von Wasser in Butter und Margarine mit Natriumsulfat und Infusorienerde

Splittgerber[8] beobachtete bei der Trocknung der Milch bei höheren Temperaturen einen Rückgang der Jodzahl infolge der Oxydation des Milchfettes. Eine ganze Reihe von Vorschlägen[3,5,6,7,9] bezwecken, diesem unerwünschten Temperatureinfluß auszuweichen. Trotzdem bestehen noch immer direkte Methoden, welche diesem Einfluß nicht streng Rechnung tragen.

Tabelle 1

Na_2SO_4 8 Std	Infusorienerde	
	8 Std	14 Std
12,76	12,72	12,72
12,79	12,71	12,71
12,84	12,72	12,73
12,80	12,75	12,78
Mittel 12,80	12,73	12,74

Bei unseren Versuchen mußten wir in erster Linie die ungleichmäßige Verteilung des Wassers und anderer Bestandteile in der Untersuchungsprobe berücksichtigen.

Vorbereitung der Untersuchungsprobe. 15—20 g werden im Becherglas von 200 ml im Wasserbad bei etwa 50° C unter ständigem Umrühren erwärmt. Nachdem die Probe vollständig geschmolzen ist, stellt man sie in kaltes Wasser von 15° C und läßt, unter ständigem Rühren, vollständig erstarren. Die so vorbereitete Probe wird in Fettpapier eingewickelt und in einem Wägeglas im Kühlschrank aufbewahrt.

Analyse. Im Wägeglas von denselben Dimensionen wie bei Milch mit hineinpassendem Glasstäbchen, werden etwa 0,5 g der nach obiger Vorschrift vorbereiteten Probe genau abgewogen und die Probe am Wasserbad bei 55° C vollständig aufgeschmolzen. Zu der geschmolzenen Masse werden aus einem besonderen Wägeglas etwa 2,5 g Natriumsulfat, genau abgewogen, so zugefügt, daß die geschmolzene Probe mit dem Pulver vollständig bedeckt wird. Das Wägeglas stellt man zum vollständigen Erkalten für etwa 10 min in den Exsiccator. Nachdem jetzt die Masse mit dem Glasstäbchen so gut als möglich zerkleinert worden ist, läßt man das Wägeglas 8 Std im Exsiccator bei 10 mm Vakuum stehen.

Tabelle 2

Na_2SO_4		Infusorienerde		100—105° C
8 Std	14 Std	8 Std	14 Std	
14,84	14,64	14,49	14,65	14,65
14,57	14,48	14,57	14,70	14,72
14,61	14,53	14,24	14,48	14,68
14,80	14,80	14,35	14,85	14,55
Mittel 14,70	14,61	14,41	14,67	14,65

Auf ganz analoge Weise wurden Versuche mit Infusorienerde durchgeführt, wobei auch hier dieselben Mengen des Verteilungsmittels verwendet wurden wie bei Natriumsulfat. Die Proben wurden nach 8- und 14stündigem Trocknen gewogen.

Dieselben Proben wurden zum Vergleich auch durch Erhitzen auf 100—105° C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet (Tab. 2).

Die Resultate der verschiedenen Trocknungsmethoden stimmen also recht gut überein.

Von einer Margarineprobe, welche wegen ihrer ungleichmäßigen Struktur unrichtige Resultate geben könnte, wurden 12 Parallelbestimmungen ausgeführt. Aus den Ergebnissen wurde der Mittelwert berechnet und daraus für jede Bestimmung die mittlere Abweichung bestimmt. Der Mittelwert betrug 14,87% Wasser und die durchschnittliche Abweichung $\Sigma = 1{,}62 : 12 = 0{,}14$, das Ergebnis ist also $14{,}87 \pm 0{,}14$% Wasser.

Parallele Bestimmungen des Weinextraktes mit Natriumsulfat und Infusorienerde

Die Bestimmungen mit Infusorienerde ergeben zu niedrige und stark schwankende Resultate (Tab. 3).

Tabelle 3

Na_2SO_4		Infusorienerde	
8 Std	14 Std	8 Std	14 Std
24,3	24,2	23,9	23,4
24,7	24,7	23,8	23,4
24,5	24,7	22,0	21,6
24,7	24,7	22,1	22,1
Mittel 24,6	24,6	23,0	22,6

Zusammenfassung

Für die Bestimmung des Wassergehaltes in Milch, Butter oder zur Bestimmung des Weinextraktes eignet sich nur das spontan bei gewöhnlicher Temperatur entwässerte Natriumsulfat als Verteilungsmittel. Außerdem kann in gewissen Fällen die gereinigte Infusorienerde verwendet werden.

Literatur

[1] Kracek, F. C., u. R. E. Gibson: J. physic. Chem. **33**, 1304 (1929). — [2] Kracek, F. C., u. C. J. Ksanda: J. physic. Chem. **34**, 1741 (1930). — [3] Lindstedt, G.: Mitt. Gebiete Lebensmittelunters. Hyg. (Bern) **47**, 506 (1956); vgl. diese Z. **159**, 314 (1957/58). — [4] Njegovan, V., u. M. Kranjčević: diese Z. **109**, 403 (1937). — [5] Purr, A.: Fette u. Seifen **56**, 1006 (1954); vgl. diese Z. **150**, 60 (1956). — [6] Schulz, M. E., H. Kay u. G. Mrowetz: Milchwissenschaft **12**, 294 (1957); vgl. diese Z. **162**, 449 (1958). — [7] Schweizerisches Lebensmittelbuch, 1937. — [8] Splittgerber, A.: Z. Unters. Nahrungs- u. Genußmittel **24**, 493 (1912); vgl. diese Z. **59**, 100 (1920). — [9] Stuffins, C. B.: Analyst **83**, 312 (1958); vgl. diese Z. **166**, 290 (1959).

Prof. Dr. V. N. Njegovan, Zagreb III, Livadićeva 16
Dr. M. Kranjčević, Zagreb I, Mlinarska 38 (Jugoslawien)

Aus dem Institut für Chemische Technologie der Universität Łódź, Polen

Anwendung von mercuriertem Phenolphthalein und Fluorescein in der chemischen Analyse

Von
MIECZYSŁAW WROŃSKI

Mit 2 Textabbildungen

(Eingegangen am 11. März 1960)

Wie schon in früheren Arbeiten[2] kurz berichtet wurde, besitzen die Quecksilberderivate von Phenolphthalein und Fluorescein die interessante Eigenschaft, nach Zugabe von sehr kleinen Mengen gewisser Verbindungen ihre Farbe bzw. ihre Fluorescenz in alkalischer Lösung zu ändern. Außer bei den mercurierten Phthalein- oder Sulfophthaleinfarbstoffen konnte bisher eine solche Eigenschaft, soweit es das sichtbare Licht betrifft, nicht beobachtet werden.

Im Rahmen der vorliegenden Untersuchungen haben wir die Stoffe ausgesucht, die mit den Quecksilberderivaten von Phenolphthalein und Fluorescein besonders empfindlich reagieren. Über die Anwendung der Reaktionen in der qualitativen und quantitativen Analyse wird berichtet.

Experimenteller Teil

Bestimmung von Quecksilber in mercurierten Farbstoffen

Für die Quecksilberbestimmung in mercuriertem Fluorescein eignet sich die direkte Titration mit Thioglykolsäure[3]. Der Farbumschlag von Thiofluorescein, das als Indicator verwendet wird, kann in verdünnten Lösungen ohne Schwierigkeiten beobachtet werden.

Eine zweite Methode von größerem Anwendungsbereich beruht darauf, daß der Farbstoff mit Brom zerstört wird, unter gleichzeitiger Abspaltung von Quecksilber als Hg^{2+}. Wenn die Quecksilberfarbstoffverbindungen kein anorganisches Quecksilber enthalten, liefern die beiden Methoden gleiche Werte.

Ausführung. 1. Direkte Titration. Man löst 50—100 mg mercuriertes Fluorescein n 10 ml 0,5 n Natronlauge, verdünnt auf 100 ml, versetzt mit 5 ml 1 n Ammoniumnitratlösung und titriert mit 0,02 n Thioglykolsäure in Anwesenheit von Thiofluorescein als Indicator. 1 Mol als RHgOH gebundenes Quecksilber entspricht 1 Mol Thioglykolsäure. — *2. Titration nach Zersetzung mit Brom.* Man löst etwa 50 mg mercurierten Farbstoff in 10 ml 0,2 n Natronlauge und gibt unter gelindem Erwärmen Bromwasser bis zur Entfärbung der Lösung hinzu. Man erhitzt dann zum Sieden und vertreibt nach Zugabe von 2 ml 2 n Salzsäure das freigewordene Brom durch kurzes Kochen. Nach Abkühlung versetzt man mit 5 ml 1 n Ammoniak und 1 ml 5%iger Natriumsulfitlösung, verdünnt auf 100 ml und titriert

mit 0,02 n Thioglykolsäure in Anwesenheit von Thiofluorescein als Indicator. Es empfiehlt sich, das Thiofluorescein erst gegen Ende der Titration zuzugeben, denn es wird leicht durch vorhandene Spuren von Brom zerstört. Bei dieser Titration entspricht jedes Quecksilberatom 2 Molen Thioglykolsäure.

Aus Tab. 1 kann man entnehmen, daß beide Methoden sehr gut übereinstimmende, wenig streuende Werte liefern.

Tabelle 1. *Bestimmung von Quecksilber in den Quecksilberverbindungen von Phenolphthalein und Fluorescein*

Hg-Derivat von	Methode	Gefunden Prozent Quecksilber				Mittelwert
Phenolphthalein	2	56,9	56,9	57,0	56,9	$56,9 \pm 0,02$
Fluorescein	1	52,4	52,3	52,5	52,3	$52,4 \pm 0,05$
Fluorescein	2	52,5	52,6	52,3	52,4	$52,4 \pm 0,06$
Dibromfluorescein	1	23,2	23,5	23,0	23,4	$23,3 \pm 0,08$
Dibromfluorescein	2	23,4	22,9	23,5	23,3	$23,3 \pm 0,13$

Die Einstellung der Thioglykolsäurelösung erfolgte mit einer Lösung von zweiwertigem Quecksilber, die wie folgt bereitet wurde: Man löste eine Einwaage von reinem Quecksilber in einige Milliliter Salpetersäure, gab Bromwasser hinzu und kochte bis zur Entfärbung der Lösung. Nach Abkühlung wurde die Lösung auf ein bestimmtes Volumen verdünnt.

Eigenschaften von mercuriertem Phenolphthalein

Das für analytische Zwecke am besten geeignete Präparat kann nach dem Verfahren von White[1] durch Kochen von Phenolphthalein mit überschüssigem Quecksilberacetat in Alkohol-Essigsäuregemisch hergestellt werden. Auf diese Weise werden Präparate mit dem Mercurationsgrad 3—4 erhalten, Präparate also, die je Mol Phenolphthalein 3—4 Quecksilberacetatreste enthalten.

Die Lösung von mercuriertem Phenolphthalein in verdünnter Natronlauge besitzt eine tiefrote Farbe, die nach Zugabe von gewissen Verbindungen in Blau übergeht. Diese Erscheinung tritt erst deutlich hervor, wenn der Mercurationsgrad etwa 3 erreicht.

Das mercurierte Phenolphthalein kann in der qualitativen Analyse Verwendung finden, um kleine Mengen der in Tab. 2 zusammengestellten Verbindungen nachzuweisen und voneinander zu unterscheiden. Es soll bemerkt werden, daß nicht alle Verbindungen, die mit mercuriertem Phenolphthalein stabile Komplexe bilden, den Farbumschlag Rot-Blau geben. Der Farbumschlag bleibt unter anderem mit Cyaniden, Cystein, Thioglykolsäure aus. Sulfide und Alkylmercaptane rufen einen Farbumschlag von Rot nach Violett hervor. Eine weitere Unterscheidungsmöglichkeit liegt darin, daß gewisse Komplexe nach Zugabe von Cyaniden zersetzt werden, wobei ein Farbumschlag von Blau nach Rot eintritt. Bleibt der erste Farbumschlag von Rot nach Blau aus, so kann man zusätzlich mit Thioharnstoff prüfen.

In Tab. 2 sind all diese Reaktionen zusammengefaßt.

Eigenschaften von mercuriertem Fluorescein

Von einigen hier untersuchten Quecksilberderivaten des Fluoresceins hat sich das Tetraquecksilberacetatfluorescein als das empfindlichste Reagens erwiesen. Diese Verbindung wurde nach WHITE[1] durch Kochen von Fluorescein mit überschüssigem Quecksilberacetat in wäßriger Lösung hergestellt und zwecks weiterer Reinigung in verdünnter Natronlauge gelöst, nach Filtration mit Essigsäure ausgefällt, gründlich mit Wasser gewaschen und bei 60°C getrocknet. Der Quecksilbergehalt wurde nach Zersetzung mit Brom und durch direkte Titration bestimmt. Es ergab sich nach beiden Methoden übereinstimmend zu 58,8% Hg, der berechnete Wert für $C_{20}H_8O_5(HgOOCCH_3)_4$ beträgt 58,5% Hg. Der Unterschied soll dem Vorhandensein kleiner Mengen von RHgOH zuzuschreiben sein[1].

Tabelle 2. *Die Reaktionen von mercuriertem Phenolphthalein mit einigen Verbindungen in 0,01 n NaOH-Lösung*

Verbindung	rot → blau	Nach Zugabe von	
		Cyaniden → rot	Thioharnstoff → blau
Sulfide	+ −	−	−
Methylmercaptan	+ −	−	−
Cystein	−	−	
Cyanide	−		+ −
Thiosulfate	−		+
Jodide	+ −	+ −	+
Cyanursäure	+ −	+	+ −
Eiweiß	+ −	+	+
Mercaptobenzothiazol	+	+	
Xanthogenate	+	+	
Diäthyldithiocarbaminat	+ −	+	−
Thioharnstoff	+	+ −	

Durch die Einführung von Quecksilber wird die Fluorescenzintensität des Fluoresceins nicht verändert, wenn die Konzentration der Hg-Verbindung auf den Gehalt an reinem Fluorescein umgerechnet wird.

Tabelle 3. *Herabsetzung der Fluorescenzintensität von Tetraquecksilberacetatfluorescein in 0,01 n NaOH-Lösung*

Verbindung	Herabsetzung in Prozent	Verbindung	Herabsetzung in Prozent
Jodide	23	Thiophenol	90
Cyanide	27	Mercaptobenzothiazol	69
Sulfide	97	Thioacetamid	97
Thioharnstoff	93	Diäthyldithiocarbaminat	89
Cystein	50	Äthylxanthate	76
Thioglykolsäure	85	Cyanursäure	67
Methylmercaptan	78	Eiweiß	64

Die Verbindungen, die SH, -NHCS-, oder mehrfache -NHCO-Gruppen enthalten, sowie Jodide und Cyanide vermögen die Fluorescenz von mercuriertem Fluorescein herabzusetzen; die Auslöschungsfähigkeiten können dabei sehr verschieden sein, wie Tab. 3 zeigt.

Bromide, Sulfite und Thiosulfate verursachen eine Verminderung der Fluorescenzintensität von etwa 8%, Harnstoff, ÄDTA, Cystin und Rhodanide zeigen keine Auslöschungsfähigkeit.

Die in Tab. 3 angeführten Werte wurden bei der Einstellung T, 4 E, L_2 mit dem Pulfrich-Photometer für Trübungsmessungen erhalten, wenn die Fluorescenzintensität vor und nach Einführung der untersuchten

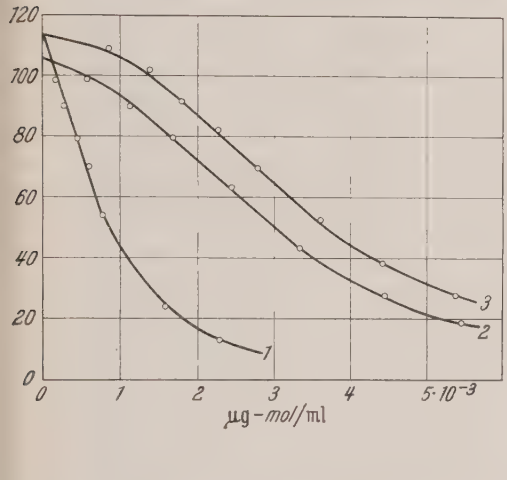


Abb. 1

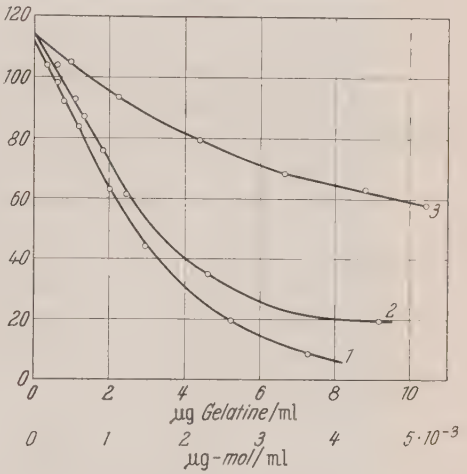


Abb. 2

Abb. 1. Fluorescenzintensität von Tetraquecksilberacetatfluorescein in 0,01 n NaOH-Lösung als Funktion der Konzentration von: *1* Na_2S; *2* Thioharnstoff; *3* Gelatine

Abb. 2. Fluorescenzintensität von Tetraquecksilberacetatfluorescein als Funktion der Konzentration von: *1* $C_2H_5NHCSSNa$ in 0,01 n NaOH-Lösung; *2* CS_2 in 0,2 n NaOH-Lösung und 1% Formaldehyd; *3* $(C_2H_5)_2NCSSNa$ in 0,01 n NaOH-Lösung

Verbindung in Form eines Tropfens 0,1%iger Lösung gemessen wurde. Die Auslöschungswerte sind konzentrationsunabhängig, wenn die untersuchte Verbindung im Überschuß anwesend ist. Die Werte können für die qualitative Kennzeichnung der Verbindungen Verwendung finden.

Das Tetraquecksilberacetatfluorescein kann wegen der großen Empfindlichkeit der Reaktionen und der guten Stabilität des Reagenses in alkalischer Lösung auch für quantitative Bestimmungen herangezogen werden. Wir schlagen dazu die folgende *Arbeitsweise* vor:

Man löst etwa 8 mg Tetraquecksilberacetatfluorescein in 1 Liter 0,01 n Natronlauge, gibt 2 ml dieser Lösung und 0,08 ml 0,1 n Natronlauge zur Probe und verdünnt mit Wasser (im Falle von Na_2S mit 0,01%iger Na_3AsO_3-Lösung) auf 10 ml. Nach 5 min (bei Thioharnstoff und Äthyldithiocarbaminat nach 15 min) wird die Fluorescenzintensität gemessen und auf der entsprechenden Eichkurve die gesuchte Konzentration abgelesen. Im Falle von Schwefelkohlenstoff wird 0,2 n Natronlauge verwendet, 1% Formalin zugegeben und die Messung nach 30 min ausgeführt. Zur Messung in einem Reagensglas von 15 mm Innendurchmesser werden 5 ml Flüssigkeit benötigt. Die Konzentration an Tetraquecksilberacetatfluorescein beträgt etwa 1,5—1,6 µg/ml.

Einige Kurven, die mit dem Pulfrich-Photometer bei der Einstellung T, 4 E, L_2 erhalten wurden, sind in den Abb. 1 und 2 wiedergegeben.

Berücksichtigt man, daß der Unterschied von 5 Einheiten bei der obigen Einstellung noch sicher erfaßt werden kann, so ergeben sich bei Anwendung von 5 ml Flüssigkeit folgende untere Bestimmungsgrenzen: Schwefelwasserstoff 0,02 μg, Thioharnstoff 0,04 μg, Schwefelkohlenstoff als $C_2H_5NHCSSNa$ 0,02 μg.

Verlängert man die geraden Teile der Kurven bis zur Fluorescenzintensität, die dem Überschuß an der gegebenen Verbindung entspricht, so ergeben sich folgende Werte: Schwefelwasserstoff 2,3, Thioharnstoff 2,2, Äthyldithiocarbaminat $1{,}3 \cdot 10^{-3}$ μg-Mol. Die anwesenden Quecksilberäquivalente betragen dabei $1{,}51 \cdot 0{,}588 \cdot {}^1/_{200} = 4{,}43 \cdot 10^{-3}$ μg-Äquivalente/Liter. Es muß somit der Schwefel in Thioharnstoff und in Äthyldithiocarbaminat als Sulfid abgespalten werden.

Zusammenfassung

Für die Bestimmung von Quecksilber in den Hg-Komplexen von Phenolphthalein und Fluorescein wird die Titration mit Thioglykolsäurelösung empfehlen. Sie kann direkt oder nach Zerstören des Komplexes mit Brom durchgeführt werden. Das mercurierte Phenolphthalein kam zur Identifizierung gewisser Verbindungen dienen, die eine Farbänderung von Rot nach Blau bewirken und gegebenenfalls bei weiterem Zusatz von Cyanid und Thioharnstoff Farbumschläge bewirken. Die Fähigkeit der Verbindungen, die SH-, NHCS- oder mehrfache NHCO-Gruppen enthalten, die Fluorescenzintensität von Tetraquecksilberacetatfluorescein herabzusetzen, kann zum qualitativen Nachweis und zur quantitativen Bestimmung dieser Verbindungen ausgenutzt werden. Es können sehr kleine Mengen der Verbindungen erfaßt werden und zwar betragen bei Anwendung von 5 ml Lösung die unteren Bestimmungsgrenzen für: Schwefelwasserstoff 0,02 μg, Thioharnstoff 0,04 μg, Schwefelkohlenstoff als $C_2H_5NHCSSNa$ 0,02 μg, Gelatine 2 μg.

Literatur

[1] White, E. W.: J. Amer. chem. Soc. **42**, 2355 (1920). — [2] Wrońsкi, M.: Wissenschaftl. Hefte d. Univ. Lódź II, 4, 181 (1958); Analyst **83**, 314 (1958); vgl. diese Z. **166**, 130 (1959). — [3] Wrońsкi, M.: diese Z. **169**, 351 (1959).

Dr. M. Wrońsкi, Lódź, Nowotkistraße 18 (Polen)

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

II. Analyse anorganischer Stoffe

Argon. M. Krejčí und J. Janák[1] beschreiben die *gaschromatographische Bestimmung von Argon in Gegenwart von Sauerstoff und anderer permanenter Gase.* Zur Beseitigung des Sauerstoffs werden die katalytischen Eigenschaften von auf einem Träger fein verteiltem Palladium im Wasserstoffstrom ausgenutzt. Es ist so möglich, *in Luft*, bei der Herstellung flüssiger Luft, *im Ammoniak-Synthese-* oder *-Kreislaufgas, in Erdgas* oder *Wasser-Abgas* Argon schnell zu bestimmen. — Als *Adsorbens und Katalysatorträger* wird zerkleinerter kristallinischer Calciumzeolith[2] (0,2—0,4 mm) verwendet, der im Ofen bei 400° C 4 Std aktiviert wurde. Als Träger für das metallische Palladium dient Alusil (0,2—0,4 mm), das ebenfalls bei 400° C 3 Std aktiviert wird. *Bereitung des Katalysators.* Aus 2 ml 10%iger wäßriger Palladiumchloridlösung (0,12 g Pd) wird mit 36%igem Ammoniak weißes Palladiumdiaminchlorid gefällt. Man füllt mit 100 ml konz. Ammoniak auf, wobei der Komplex allmählich in Lösung geht. Die Lösung wird mit 40 g aktiviertem Träger versetzt und die Suspension in einem Siedekolben unter Vakuum zur Trockne gebracht. Mit Durchleiten von Wasserstoff wird bei 500—550° C die Reduktion vorgenommen.

[1] Collect. czechoslov. chem. Commun. **24**, 3887—3892 (1959). Tschechoslowak. Akad. Wiss., Brno. — [2] Über Zeolithe als Adsorbens vgl. Janák, J.: Chem. Listy **49**, 1403 (1955); vgl. diese Z. **152**, 217 (1956). — Janák, J., M. Krejčí u. H. E. Dubský: Chem. Listy **52**, 1099 (1958); vgl. diese Z. **166**, 121 (1959) und dort angegebene Literatur. D. Jentzsch

Die Radiochromatographie von Erdalkaliionen beschreiben H. J. Arnikar und O. P. Mehta[1]. In einer früheren Mitteilung[2] wurde mit Säure gewaschenes Asbestpapier als nützlicher natürlicher Ionenaustauscher bei der chromatographischen Trennung von Alkaliionen mit verd. Salzsäure als Lösungsmittel angegeben. In der vorliegenden Arbeit trennen die Verfasser Ba und Sr mit Hilfe ihrer Radioisotope ^{133}Ba und ^{90}Sr nach derselben Methode. Das $BaCO_3$ wurde dazu 4 Wochen lang im Kernreaktor Harwell mit thermischen Neutronen bestrahlt, das ^{90}Sr, das im Gleichgewicht mit seinem radioaktiven Tochterelement ^{90}Y steht, stammte aus Amersham. — *Ausführung.* 0,2 mm dicke Streifen (35×10 cm) Asbestpapier werden mit konz. Salz- und Salpetersäure gewaschen. Ein Gemisch aus ^{133}Ba und ^{90}Sr (+ ^{90}Y) wird mit den Chloriden der Trägerelemente (2—3 mg) auf das Asbestpapier aufgebracht. Die Chromatographie wird durch aufsteigende Entwicklung mit 0,1 n Salzsäure als Lösungsmittel durchgeführt. Nach dem Trocknen wird der Streifen in 5 mm breite Stücke geschnitten. Die Verteilung der Radioaktivität in dem Chromatogramm wird als Funktion vom Abstand des Ausgangspunktes unter Verwendung eines Endfenster GM-Zählers bestimmt. Dabei dienen Zerfallscharakteristika von ^{133}Ba, ^{90}Sr und ^{90}Y zur Unterscheidung ihrer Lage im Chromatogramm. ^{133}Ba zerfällt durch K-Einfang in $>$ 20 Jahren; das Endprodukt ^{133}Cs ist stabil. ^{90}Sr emittiert β-Strahlen und hat eine Zerfallszeit von 19,9 Jahren, desgleichen ^{90}Y mit einer Zerfallszeit von 65 Std; das Endprodukt ^{90}Zr ist beständig Durch Beobachtung der Zerfallszeiten gelingt die Identifizierung. Während 2 Wochen fällt die Aktivität von ^{90}Y vom Höhepunkt fast auf Null, während die des ^{90}Sr in der

gleichen Zeit zu einem konstanten Maximum anwächst, die Aktivität des Sr/Y-Gemisches ist doppelt so hoch als die des Ausgangselementes. Die R_f-Werte für die chromatographische Trennung sind 0,18 für Y, 0,76 für Ba und 0,90 für Sr. Die Methode kann dazu dienen, trägerfreies ^{90}Y aus dem Gleichgewicht mit ^{90}Sr zu erhalten, ohne synthetische Ionenaustauscherharze und komplizierte Lösungsmittelgemische verwenden zu müssen. Die Untersuchungen werden zur Trennung von Ca, Sr und Ba fortgesetzt.

[1] Current Sci. **28**, 400—401 (1959). Banaras Hindu Univ. (Indien). — [2] Arnikar, H. J., u. M. Chemla: C. R. Acad. Sci. **244**, 68 (1957); vgl. diese Z. **158**, 280 (1957).

Liselott Johannsen

Eine spektralanalytische Magnesiumbestimmung führen S. Yanagisawa und Y. Hashimoto[1] vermittels einer Saugelektrode durch. Ein Graphitstab ist in seiner Axialbohrung mit Graphitpulver vollgestopft. Diese Elektrode, deren Abmessungen aus Abb. 1 hervorgehen, wird auf ein Gefäß mit der Analysenlösung aufgesetzt, das untere Ende taucht ein. Durch die Capillarkräfte wird die Analysenlösung zum oberen Ende der Elektrode durch die Graphitfüllung hindurchgesaugt. Als Gegenelektrode (2 mm Abstand) dient ein konisch zugespitzter Graphitstab. Als Anregungsquelle wird ein Gleichstromabreißbogen von 1,5 A Stromstärke und einem Brennzeit/Pause-Verhältnis von 1:8 benutzt; die Saugelektrode ist als Anode geschaltet. Graphitpulver von 120—200 mesh zeigte beste Saugfähigkeit, die verwendeten Lösungen sind salzsauer (1:5). Als innere Standard dient Zink; noch 0,01 μg Mg kann mit guter Genauigkeit bestimmt werden. Wie aus einer mitgeteilten Tabelle ersichtlich ist, saugen bei den gewählten Abmessungen und der optimalen Korngröße des Graphitpulvers zunächst gleiche Mengen Pulver gleiche Lösungsmengen auf; nach 2 min Entladungsdauer ist die angesaugte Lösungsmenge auf das Dreifache angestiegen. Die aufgesaugte Lösungsmenge selbst liegt in der Größenordnung 0,1 ml. Das beschriebene Verfahren erscheint als ein interessantes Gegenstück zu der porous-cup-Methode von C. Feldman[2], dessen Elektrodenart das Prinzip der nachsickernden Flüssigkeit realisiert.

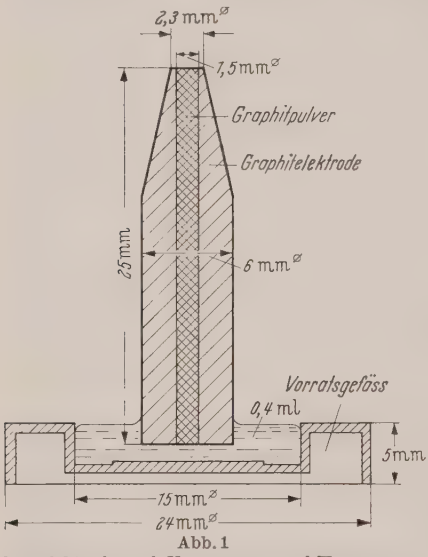


Abb. 1
Saugelektrode nach Yanagisawa und Hashimoto

[1] Jap. Analyst **8**, 582—588 (1959) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Keio Univ. (Japan). — [2] Analyt. Chemistry **21**, 1041 (1949); vgl. diese Z. **132**, 357 (1951).

S. Eckhard

Die komplexometrische Bestimmung von Calcium in Gegenwart von Phosphat untersuchen R. G. Yalman, W. Bruegemann, P. T. Baker und S. M. Garn[1]. Ihre Methode beruht auf der Zugabe von überschüssigem ÄDTA zur sauren Lösung, Erhöhung des p_H-Werts und Rücktitration des ÄDTA mit Standardcalciumlösung gegen Calcein als Indicator. — *Arbeitsweise.* Zur schwach salzsauren Calciumlösung gibt man einen Überschuß von 15—20% an ÄDTA, stellt durch langsame

Zugabe von 5 ml 4 m Natronlauge auf etwa p_H 13, fügt 2 Tr. Indicatorlösung (2 g Calcein + 25 ml 1 m Natronlauge in 100 ml) zu und titriert langsam mit der 0,01 m Calciumlösung zurück, bis die Lösung gelbgrün wird. Schließlich fügt man wieder solange ÄDTA-Lösung zu, bis im diffusen Tageslicht der rosa-braune Calcein-Endpunkt zu beobachten ist. Die Beleuchtung ist für die Endpunktsfindung wesentlich. Führt man die Titration in einem weißen, undurchsichtigen Polyäthylenbecher aus, ist der Endpunkt gut zu bestimmen. Die indirekte Calciumbestimmung neben Phosphat ergibt sehr befriedigende Ergebnisse (keine Fällung, scharfer Endpunkt) im Vergleich zur direkten Methode nach H. Diehl und J. Ellingboe[2], die beinahe unabhängig vom Phosphatgehalt zu niedrige Werte gibt. Geringe Mengen Magnesium stören nicht. Gute Ergebnisse werden bei der *Calciumbestimmung in Knochen, Zähnen* und *Phosphatmineralien* erhalten, dagegen treten bei der Untersuchung von *Urin* Schwierigkeiten in der Endpunktserkennung auf. Der Einfluß von Eisen wird studiert. Bei der Rücktitration fällt Eisenhydroxyd aus, was die Erkennung des Endpunkts behindert. Die Zugabe von Kaliumcyanid vermindert die Störung, beseitigt sie aber nicht ganz. Die Entfernung des Eisenhydroxyds durch Zentrifugieren ist erfolgreich, wenn sie unmittelbar vor Erreichen des Endpunkts erfolgt, andernfalls treten Calciumverluste durch Mitfällung auf.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 1230—1233 (1959). Antioch. Coll., Yellow Springs, Ohio; State Univ., Univ. Park, Pa. und Fels Inst., Yellow Springs, Ohio (USA). — [2] Analyt. Chemistry **28**, 882 (1956); vgl. diese Z. **155**, 129 (1957). E. Bankmann

Zur komplexometrischen Aluminiumbestimmung empfehlen A. A. Baškirceva und E. M. Jakimec[1] nach einer kritischen Besprechung bekannter Verfahren folgende *Arbeitsweise:* Aus saurer Lösung wird nach Abscheidung der Kieselsäure ein aliquoter Teil mit höchstens 50 mg Aluminium entnommen. Das etwa vorhandene Eisen wird mit 0,5—1,0 ml konz. Salpetersäure oxydiert. Die bis zum Kochen erhitzte Lösung wird bis zur bleibenden Trübung neutralisiert. Nach Zusatz von 5 ml 1 n Salzsäure wird das Volumen auf 50 ml gebracht und das dreiwertige Eisen gegen 1—2 ml 10%ige Natriumsulfosalicylatlösung als Indicator bei 60—70° C mit ÄDTA-Lösung titriert. Danach wird aus der Bürette 0,05 m ÄDTA-Lösung im Überschuß von 2—10 ml im Verhältnis zu Aluminium zugegeben. Die Lösung wird aufgekocht und mit 5%iger Ammoniaklösung gegen Kongorot neutralisiert. Man fügt 10 ml Pufferlösung p_H 4,8 (540 g Natriumacetat werden in 1 l Wasser gelöst und mit 1 l 2 n Essigsäure gemischt) hinzu, und titriert nach Kühlen den ÄDTA-Überschuß mit 0,02 m Eisen(III)-lösung. Zur Titerbestimmung bringt man 3—5 ml ÄDTA-Lösung auf 100 ml, gibt 5 ml Pufferlösung p_H 4,8 dazu und titriert mit 0,02 m Eisenlösung gegen Natriumsulfosalicylat. Die Abweichungen der Ergebnisse nach diesem Verfahren von den nach der üblichen Methode ermittelten Werten schwanken je nach den Gehalten zwischen ± 0,01 und 0,3% Fe_2O_3 oder Al_2O_3. In Gegenwart von K^+, Na^+, Cl^-, SO_4^{2-}, NO_3^-, CH_3COO^- und Mg^{2+} verläuft die Aluminiumbestimmung (bei p_H 4,8) störungsfrei; Fe^{2+}, Fe^{3+}, Zn^{2+}, Cu^{2+}, Sn^{2+}, Pb^{2+} und Mn^{2+} stören dagegen in jeder Menge die Bestimmung. Die Toleranzgrenzen betragen für Ti^{4+} 1 mg/100 ml, für F^- 10, PO_4^{3-} 30, Ca^{2+} 50 bei p_H 4,8. Enthält die zu untersuchende Lösung störende Ionen, scheidet man zunächst Eisen und Aluminium gemeinsam als Hydroxyde ab und titriert dann in der Lösung des Niederschlages.

[1] Zavodskaja Laborat. **25**, 1166—1168 (1959) [Russisch]. Kirov-polytechn. Inst. Uralsk (UdSSR). Damjana Vukanović

Zur Abtrennung von Aluminium oder Uran von *Arsen, Antimon, Tellur, Selen, Molybdän, Quecksilber, Gold, Platin* oder *Rhenium* behandeln I. K. Taimni und S. N. Tandon[1] die Probelösung mit 2 n Natriumsulfidlösung und Salzsäure,

filtrieren und bestimmen im Filtrat das Aluminium oder Uran mit Oxin. Die Verff. beschreiben im Original Beispiele.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **21**, 502—504 (1959). Univ. Allahabad (Indien).
KLAUS BRODERSEN

Über die volumetrische Bestimmung von µg-Mengen der Seltenen Erden durch Titration mit Citronensäurelösung berichten V. I. KUZNECOV und L. A. OCHANOVA[1]. Bei einer Variante des beschriebenen Verfahrens wird für jedes zu bestimmende Element ein optimaler p_H-Wert der Titration festgelegt, bei dem auch der Titer der Citronensäurelösung auf das betreffende Element eingestellt wird. Die Titration wird beendet, wenn der Farbton der untersuchten dem einer Vergleichslösung gleich ist. Die zweite Variante des Verfahrens wird angewandt, wenn ein reines Präparat des zu bestimmenden Elementes nicht zugänglich ist. In dem Fall dient zur Titerbestimmung und zur Herstellung der Vergleichslösung ein beliebiges Element der Seltenen Erden unter Bedingungen, die für jedes einzelne Element festgelegt sind. Die Zusammensetzung der Vergleichslösung ist so eingestellt, daß ihr Farbton dem Endpunkt der Titration entspricht. — *Arbeitsvorschriften. 1. Variante.* Ein aliquoter Teil der Lösung mit 10—100 µg (oder mehr) des zu bestimmenden Elementes wird im Quarztiegel auf dem Wasserbad zur Trockne eingedampft. Der Rückstand wird in 1 ml 0,05 n Salzsäure aufgenommen und in ein Glas übergeführt. Man gibt 1 (oder 2) ml der Indicatorlösung (siehe unten) und 10%ige Urotropinlösung (4 ml bei La- und Ce-, 1,1 und 0,15 ml bei der Sm- und Yb-Bestimmung) hinzu. Das Endvolumen beträgt 8—10 ml (oder 50—100 ml bei Mengen über 100 µg). Es wird mit Citronensäurelösung titriert. Zur genauen Ermittlung des Titrationsendpunktes dient eine Vergleichslösung, die aus gleichen Reagentien hergestellt wird, auf das gleiche Volumen gebracht wird, und deren p_H sorgfältig geprüft wird (6,5 und 6,3 bei der La- und Ce-, 5,8 und 4,8 bei der Sm- und Yb-Bestimmung). Die Vergleichslösung behält ihre Farbe 2—3 Std unverändert bei. Zur Titerbestimmung werden 2—3 ml der Standardlösung verwendet. [Frisch geglühte Oxyde von La (0,0586 g), Sm (0,0570 g), Yb (0,0569 g) oder Ce (0,0614 g CeO_2) werden unter Erwärmen in 2 ml 6 n Salzsäure gelöst, im Quarztiegel auf dem Wasserbad zur Trockne eingedampft, der Rückstand wird in 10 ml 0,05 n Salzsäure aufgenommen und auf 50 ml gebracht. Zu 2,5 ml dieser Lösung werden 15 ml 0,05 n Salzsäure gegeben, und es wird auf 100 ml verdünnt.] Der Gehalt a wird nach $a = T \cdot V$ (T = Titer, V = entsprechendes Citronensäurevolumen) ermittelt. — *2. Variante.* Man verfährt wie oben beschrieben. Nach der Lösung des Rückstandes in Salzsäure werden 1 (oder 2) ml 0,01%ige Arsenazolösung, die colorimetrisch geprüft wird, und 4,0, 3,0, 1,1, 0,5, 0,3 oder 0,22 ml 10%ige Urotropinlösung bei der La-, Ce-, Nd-, Sm-, Er- oder Yb-Bestimmung hinzugegeben. Für die Vergleichslösung nimmt man 1 (oder 2) ml Indicatorlösung (siehe unten), die mit der Standardlösung eines beliebigen Elementes der Seltenen Erden, welches auch zur Titerbestimmung dient, hergestellt wird. Man titriert die zu untersuchende Lösung mit Citronensäure bis zum Farbenausgleich. Der Gehalt des zu bestimmenden Elementes beträgt in diesem Fall $a = T \cdot V + m$. (m wird als Indicatorfehler bezeichnet und hat bei der Verwendung von La, Ce, Nd, Sm, Er oder Yb zur Herstellung der Vergleichslösung die Werte 8,2, 8,3, 8,5, 8,9, 9,9 oder 10,1 µg.) Bei dem ersten Verfahren beträgt der relative Fehler ± 2%, bei dem zweiten schwankt er zwischen — 3 und +4%. — *Indicatorlösung.* Zu 25 ml 0,01%iger Arsenazolösung werden 14,0, 16,6, 17,0, 17,8, 19,8 oder 20,2 ml der La-, Ce-, Nd-, Sm-, Er oder Yb-Standardlösung dazugegeben und auf 50 ml aufgefüllt.

[1] Zavodskaja Laborat. **25**, 1162—1165 (1959) [Russisch]. Inst. Geochem. u. analyt. Chem. Akad. Wiss. UdSSR.
DAMJANA VUKANOVIĆ

Bis zu 12 μg Uran je Milliliter lassen sich spektralphotometrisch mit Flavonol als Reagens nach einer Methode von T. KANNO[1] bestimmen. Man extrahiert aus wäßriger Lösung von p_H 6—7 mit einer 0,03%igen Lösung des Reagenses in einer 1:1-Mischung aus Tri-n-butylphosphat und n-Hexan und photometriert bei 410 nm. Der molare Extinktionskoeffizient von 28700 bei 410 nm ist bis zu 3mal größer als der anderer Methoden.

[1] Jap. Analyst 8, 714—717 (1959) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Res. Inst. Mining Dress. a. Metall., Tohoku, Univ. (Japan). KLAUS BRODERSEN

Eine präzise Plutoniumbestimmung im Makrobereich mit einer Standardabweichung von weniger als 0,03% mittels potentiometrischer Titration beschreiben G. R. WATERBURY und C. F. METZ[1]. Dabei wird das Plutonium mit Perchlorsäure oxydiert und das gebildete Pu^{VI} mit einem geringen Überschuß Standardeisen(II)-lösung reduziert, der anschließend automatisch mit Cer(IV)-lösung zurücktitriert wird. Es werden Wägebüretten verwendet. — *Arbeitsweise.* Der gewogene Lösungsanteil mit über 200 mg Pu wird in einem hohen 250 ml-Becherglas, das mit einem gerippten Uhrglas bedeckt ist, fast bis zur Trockne gedampft. Man spült die Becherglaswände mit 6 m Salpetersäure ab, fügt 5—10 ml 70%ige Perchlorsäure zu und erhitzt bis zum Auftreten dicker Perchlorsäuredämpfe. Nach dem Abkühlen gibt man 5—10 ml 20—30%ige Perchlorsäure zu und erhitzt erneut, bis das Volumen nur noch 2—3 ml beträgt (nicht zur Trockne dampfen!). Ist der Inhalt des Kolbens zu weit eingetrocknet und nicht mehr ganz löslich, erhitzt man nach Zugabe einiger Milliliter Säure und 1 m Flußsäure bis zur vollständigen Lösung. Man kühlt rasch ab und verdünnt so schnell wie möglich mit 50 ml Wasser. Titriert wird entweder manuell oder mit einem modifizierten Sargent-Malmstadt-Titrator (Platin-Kalomel-Elektroden). Nach dem Zufügen von 10 ml 50%iger Schwefelsäure gibt man so lange etwa 0,5 m Eisen(II)-lösung [200 g Mohrsches Salz + 500 ml 1 m Schwefelsäure im Liter; eingestellt gegen Kaliumdichromat, hochreines Plutoniummetall oder sorgfältig standardisierte Cer(IV)-sulfatlösung] aus einer Wägebürette zu, bis das Galvanometer eine große Potentialänderung anzeigt. Der Fe^{II}-Überschuß sollte nur 1 Tr. betragen. Diesen Überschuß titriert man mit 0,05 m Cer(IV)-lösung zurück [30 g Cer(IV)-ammoniumsulfat + 500 ml 2 m Schwefelsäure im Liter, Titerstellung gegen Arsenit oder Oxalat]. Den Endpunkt entnimmt man besser der Titrationskurve, als auf ein eingestelltes Potential zu titrieren. Der Titrator schaltet im Wendepunkt der Titrationskurve selbsttätig ab. Offenbar ist dieser Endpunkt exakter als der, den man bei der Titration bis zu einem bestimmten Zeigerausschlag erhält. Die Zuverlässigkeit der Methode ist außerordentlich hoch. Von einem Plutoniummetall mit 99,98% Pu (berechnet aus dem durch Vakuumschmelze und spektrochemisch ermittelten Gehalt an Verunreinigungen) ergaben zwei Einwaagen von 2—3 g nach dem Elektropolieren (in 20%iger Kaliumcarbonatlösung mit Tantalelektroden und 22,5 V) und Lösen in Salzsäure keine Unterschiede, einen mittleren Gehalt von 99,98% und eine Standardabweichung von 0,02% (11 Bestimmungen). Photometrische Titrationen wurden ebenfalls untersucht. Die Probe wird nach der Reduktion mit Zinkamalgam zur Pu^{III}-Stufe mit Cer(IV)-lösung titriert und die Absorption bei 380 nm verfolgt. Die erzielbare Genauigkeit ist 0,03%. Die Titration des Pu^{VI} mit Fe^{II} und Zurücknahme des geringen Fe^{II}-Überschusses mit Ce^{IV} erlaubt bei photometrischer Endpunktsbestimmung eine Genauigkeit von höchstens 0,2% (dreiwertiges Eisen stört!). — Ag, Bi, Cd, Ce^{III}, Co, Cu, K, Mg, Mo, Nb, Nd, Ni, Pb, Rh, Ru, Sn, Sr, Ti, Tl, U und Zr stören die potentiometrische Bestimmung nicht; geringe Mengen Au, Cr, Mn, Pt und V stören dagegen ernstlich. Mehrfaches Abrauchen mit Salzsäure/Perchlorsäure vermindert zwar die Störung durch Chrom, beseitigt sie aber nicht restlos. Sulfat verhindert

die quantitative Reduktion des Plutoniums durch Stabilisierung der vierwertigen Stufe. In Gegenwart dieser genannten Elemente ist vor der Titration eine Trennung erforderlich. Die dann erzielbare Genauigkeit hängt entscheidend von der Wirksamkeit der Trennmethode (Ionenaustausch, Fällung, flüssig-flüssig-Extraktion) ab. Keines der üblichen Trennverfahren ist nach den Untersuchungen auch nur annähernd so genau wie die Titration.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 1144—1148 (1959). Univ. California, Los Alamos, N. M. (USA). E. Bankmann

Thallium. L. B. Ginzburg und A. P. Škrobot[1] führen die Thalliumbestimmung auf Grund der Absorption seiner Chloridlösungen im UV-Gebiet durch. Tl^{1+} und Tl^{3+} bilden mit Salzsäure Komplexe, deren Absorptionsmaximum in 6 n Salzsäure bei 244—246 nm liegt. Das Beersche Gesetz ist für 70—600 μg Tl^{1+}/25 ml und 20—700 μg Tl^{3+}/25 ml erfüllt. Bromide (Absorptionsmaxima bei 260—270 nm) zeigen einen geringeren Gültigkeitsbereich. Neben Thallium absorbieren im UV-Gebiet auch Chloride und Bromide von Bi, Sb, Sn, Cu, Pb und Fe. Zur Trennung von den störenden Stoffen extrahiert man das Thallium aus bromwasserstoffsaurer Lösung mit Äther. Die Oxydation von Tl^{1+} zu Tl^{3+} wird am besten mit Kaliumnitrit vorgenommen, das sich mit Harnstoff reduzieren läßt und daher das Photometrieren nicht stört. Tl^{3+} wird dabei nicht reduziert. Die untere Empfindlichkeitsgrenze der Methode liegt bei 0,005% Tl bei 1 g Einwaage. — *Ausführung.* Man löst 0,5—1 g Probe in 10—15 ml heißer Salzsäure, fügt 2—3 ml Salpetersäure zu, verdampft zur Trockne, nimmt mit 10 ml konz. HBr-Säure auf, die einige Tropfen Brom enthält und bringt wieder zur Trockne. Enthält die Probe viel Kohlenstoff, so mineralisiert man zunächst mit einem Gemisch von Salpeter- und Schwefelsäure und bringt dann erst mit HBr-Säure zur Trockne. Der Rückstand wird in 10 ml 1 n bromhaltiger HBr-Säure warm gelöst, die Lösung wird in einen 50 ml-Scheidetrichter filtriert, das Filter mit 5 ml 1 n bromhaltiger HBr-Säure gewaschen. Die gesamte Flüssigkeit wird dann zweimal mit Äther ausgeschüttelt, der vorher mit 1 n HBr-Säure gesättigt worden ist. Nach Entfernung der wäßrigen Phase wird die ätherische zweimal mit 5 ml 1 n HBr-Säure gewaschen, die vorher mit Äther gesättigt worden ist. Dann gibt man 15 ml Salzsäure (1:1) zu, verdampft den Äther und versetzt den Rückstand tropfenweise mit Perhydrol, bis das gesamte Brom ausgetrieben ist. Nach Verkochen des H_2O_2-Überschusses und Abkühlen fügt man 0,2 ml 10%ige $NaNO_2$-Lösung zu, läßt 5 min stehen, versetzt mit 0,5 ml 50%iger Harnstofflösung, schüttelt bis zum Aufhören der Gasentwicklung, füllt im 25 ml-Meßkolben mit Salzsäure (1:1) zur Marke auf und photometriert in der 1 cm-Quarzküvette bei 245 nm gegen eine gleichbehandelte thalliumfreie Lösung der Reagentien. Zur Aufstellung der Eichkurve dienen Thalliumchloridlösungen mit 20—500 μg Tl in 10 ml Salzsäure (1:1), die ebenso behandelt werden wie die Analysenlösung.

[1] Zavodskaja Laborat. **25**, 1157—1162 (1959) [Russisch]. Staatl. Forsch.-Inst. f. Buntmetalle (UdSSR). O. Gautsch

Die Anwendung gemischter Grundelektrolyte bei der polarographischen Thalliumbestimmung untersuchen A. I. Zebreva und M. T. Kozlovskij[1]. Als Grundelektrolyte werden 2 n NaOH + 1,5 n NH_4Cl und 1,5 n NaOH + 1 n NH_4Cl verwendet, denen man Gelatine und (zur Entfernung von Sauerstoff) Natriumsulfit zusetzt. Das Halbwellenpotential für Thallium beträgt unter diesen Bedingungen —0,48 V (gemessen gegen gesätt. Kalomelelektroden). 50—60 mg Te/50 ml stören die Bestimmung in geringem Maß. Bis zu 28 mg Sb und 12 mg Bi/50 ml sind ohne schädlichen Einfluß. Wismut fällt aus, ohne Thallium mitzufällen. Auch bis zu 4 mg Fe/50 ml stören nicht, während 10 mg Fe das gesamte Thallium mitfällen.

Zink beeinträchtigt die Analyse ebenfalls nicht. Störend wirkt Kupfer, jedoch lassen sich bei kleinen Kupferkonzentrationen für die gefundenen Thalliummengen Korrekturen anbringen.

[1] Zavodskaja Laborat. **25**, 1172 -1174 (1959) [Russisch]. Staatsuniv. Kazachstan (UdSSR). O. Gautsch

Einfache Bestimmungsmethoden für Cyanid und Sulfid nebeneinander sowie für Cyanid allein beschreibt M. Wrońsкi[1]. *Analyse von Sulfid-Cyanidgemischen.* Sulfid wird mit *o-Hydroxyquecksilberbenzoesäure*[2] titriert, nachdem das anwesende Cyanid mit Formaldehyd zersetzt worden ist. Zur Bestimmung von Cyanid wird eine neue Probe mit einem Überschuß an o-Hydroxyquecksilberbenzoesäure versetzt, um das Sulfid zu binden. Cyanid wird dann mit Nickelsulfatlösung titriert[3]. SO_3^{2-}, $S_2O_3^{2-}$ und SCN^- stören nicht. — *Ausführung.* Zur Sulfidbestimmung versetzt man die Probe, die weniger als 25 mg HCN und 0,5—10 mg H_2S enthält, mit 2 ml 37%igem Formaldehyd, 5 ml 1 n Natronlauge und 1 ml 0,1%iger alkoholischer Dithizonlösung, verdünnt auf 100 ml und titriert mit 0,03 n 5-Hydroxyquecksilberbenzoesäurelösung bis zum scharfen Farbumschlag von Gelb nach Purpur. — Für die Cyanidbestimmung soll die Probe weniger als 50 mg HCN und weniger als 20 mg H_2S enthalten. Man fügt 10 ml eines Lösungsgemisches von je 20 g Ammoniumchlorid und Ammoniak im Liter zu, außerdem so viel 0,03 n o-Hydroxyquecksilberbenzoesäurelösung als bei der Sulfidtitration verbraucht worden ist, plus 4% im Überschuß. Nach Zugabe von 1 ml 0,2%iger Murexidlösung titriert man mit 0,1 n $NiSO_4$-Lösung, bis die Farbe scharf von Rot nach Gelb umschlägt. — *Argentometrische Cyanidbestimmung.* Man versetzt die nicht mehr als 50 mg HCN enthaltende Probe mit 5 ml 1 n Natronlauge und 1 ml frisch bereiteter 0,02%iger Lösung von Thiofluorescein in verd. Ammoniak und titriert mit 0,1 n $AgNO_3$-Lösung bis zum scharfen Farbumschlag von Blau nach Hellgrün. Zinkionen stören nicht. — Alle Verfahren geben sehr genaue Resultate.

[1] Analyst **84**, 668 (1959). Univ. Lódź (Polen). — [2] Wrońsкi, M.: Analyst **83**, 314 (1958); vgl. diese Z. **166**, 130 (1959). — [3] Mukoyama, T.: Japan Analyst **5**, 12 (1956); vgl. diese Z. **154**, 278 (1957). A. Kurtenacker

0,025—0,6 mg Titan je Liter lassen sich nach A. K. Majumdar und C. P. Savariar[1] *spektralphotometrisch* bei p_H 1,7—2,1 mit *9-Methyl-2,3,7-trihydroxy-6-fluoron* (I) durch Absorptionsmessung bei 520 nm bestimmen. Der molare Extinktionskoeffizient des Komplexes (Ti:I = 1:2) beträgt 60360. Es stören: F^-, $C_2O_4^{2-}$, Tartrat, Citrat, Phosphat, Ce^{4+}, Ce^{3+}, Fe^{3+}, V^{5+} und CrO_4^{2-}. 30 ppm Fe^{3+} oder 10 ppm V^{5+} lassen sich mit Ascorbinsäure maskieren. Cl^-, NO_3^-, ClO_4^-, SO_4^{2-}, CH_3COO^-, Fe^{2+}, UO_2^{2+}, Th^{4+}, Cr^{3+}, Al^{3+}, K^+, Na^+ und Erdalkalien stören nicht. — Um eine Ausfällung der Komplexverbindung zu vermeiden, setzt man 12% Alkohol und etwas Gelatine als Schutzkolloid zu. — *Arbeitsweise.* Man versetzt die Probelösung mit 1 ml 0,4%iger Gelatinelösung, 3 ml 0,025%iger Lösung von I und 2 ml abs. Alkohol, stellt mit 1 n Natriumacetatlösung auf p_H 2 ein, gibt 3 ml Pufferlösung[2] zu und füllt auf 25 ml auf. Man mißt die Absorption bei 520 nm gegen dest. Wasser. In gleicher Weise wird ein Reagentienblindwert gemessen.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **21**, 584—587 (1959). Jadavpur Univ., Calcutta (Indien). — [2] Majumdar, A. K., u. C. P. Savariar: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **21**, 146 (1959); vgl. diese Z. **174**, 446 (1960). Klaus Brodersen

Zur Trennung des Zirkoniums von Titan, Eisen(III), Aluminium und anderen Kationen benutzt F. W. E. Strelow[1] den Kationenaustauscher Dowex 50 in Form des „analytical grade AG 50 W X 8" (100—200 mesh) in H-Form und Salzsäure als Eluiermittel. Das Harz befindet sich in einer Schicht von 22 cm Höhe und

1,15 cm ⌀. Titan und Eisen(III) werden zuerst durch 300 ml 2 n Salzsäure eluiert, dann folgt Aluminium mit 400 ml derselben Säure und schließlich wird Zirkonium durch 400 ml 5 n Salzsäure abgelöst, wobei die Durchflußgeschwindigkeit immer 2—2,5 ml/min beträgt. Die Elemente werden in den Eluaten wie üblich bestimmt. (Für Zirkonium muß eine Korrektur von einigen Zehntel Milligramm abgezogen werden, weil die verwendete Salzsäure das Gewicht des ausgewogenen Zirkoniumdioxydes erhöht.) Bei dieser Untersuchung synthetischer Mischungen sind gute Ergebnisse erzielt worden. — *Bestimmung von Zirkonium in Ton.* 2 g Ton werden mit Natriumcarbonat geschmolzen, und die Kieselsäure wird in üblicher Weise entfernt. Die auf 500—600 ml verdünnte salzsaure Lösung wird auf die Säule gegeben. Dann werden Titan, Aluminium, Eisen und die anderen Kationen durch 400 ml 2 n Salzsäure eluiert. Danach wird Zirkonium durch 400 ml 5 n Salzsäure abgelöst. Nach dem Abrauchen der Salzsäure wird Zirkonium als Phosphat aus 3,5 n schwefelsaurer Lösung gefällt und als Pyrophosphat ausgewogen. Der so erhaltene Wert von 0,207% ZrO_2 stimmt sehr gut mit einem auf gewöhnliche Weise bestimmten von 0,202% ZrO_2 überein. — Es können außer den zuvor genannten Kationen auch *Kupfer*, *Blei*, *Quecksilber*, *Cadmium*, *Zinn*, *Uranyl*, *Beryllium*, *Nickel*, *Kobalt*, *Eisen(II)*, *Mangan*, *Zink*, *Magnesium*, *Ammonium* und *Alkalimetalle* durch 300 ml 2 n Salzsäure von Zirkonium getrennt werden. Wegen der Trennung des Zirkoniums von Thorium und Seltenen Erden wird auf eine frühere Arbeit verwiesen[2]. Die Abtrennung von den Erdalkalimetallen wird noch untersucht. Die Trennung von Chrom(III) ist wegen dessen Komplexbildung nicht erfolgreich. [Da Perchlorat das Verfahren nicht stört, könnte die Trennung von Chrom(III) mit dieser Säure möglich sein (Ref.[3]).] Nitrate stören ebenfalls nicht, wohl aber Anionen, wie Fluorid und Oxalat, die mit Zirkonium Komplexe bilden können. Schwefelsäure bis zur Konzentration von 0,3 n kann anwesend sein. In diesem Falle muß die Säule aber vor der Elution mit Salzsäure mit 30 ml Wasser gewaschen werden, weil sonst kleine Mengen Zirkonium von Anfang an eluiert werden. Geringe Mengen Phosphat, die noch keinen Niederschlag erzeugen, können anwesend sein. Die größte Menge Zirkonium, die unter den genannten Bedingungen vorhanden sein kann, soll nicht mehr als 200 mg betragen. Selbst sehr große Mengen von anderen Kationen stören nicht, und das Verfahren ist besonders brauchbar zur Trennung kleiner Mengen Zirkonium von großen Mengen anderer Elemente.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 1974—1977 (1959). Council for Sci. and Ind. Res. Pretoria (Südafrika). — [2] Strelow, F. W. E.: Analyt. Chemistry **31**, 1201 (1959); vgl. diese Z. **173**, 435 (1960). — [3] Klement, R.: Diese Z. **136**, 21 (1952).

R. Klement

Die Formoltitration zur Ammoniakbestimmung hat D. Stockdale[1] wie folgt verbessert: Man verdünnt 40%ige Formaldehydlösung mit dem gleichen Volumen Wasser, versetzt mit wenig Natronlauge bis zum Farbwechsel von Phenolphthalein und setzt nun einen Unterschuß an Probelösung (Ammoniumsalz) zu, so daß noch etwa 1 ml der verd. Formaldehydlösung in 10 ml Endvolumen verbleiben. Jetzt wird sofort mit eingestellter Natronlauge und Phenolphthalein als Indicator titriert. Man setzt 2 ml Natronlauge im Überschuß zu, läßt verschlossen 15 min lang stehen, macht mit eingestellter Salzsäurelösung sauer und titriert mit Natronlauge zurück.

[1] Analyst **84**, 667—668 (1959). Univ. Cambridge (England).

Klaus Brodersen

Nitratbestimmung mit Brucin. Z. Deyl und M. Effenberger[1] untersuchen die farbigen Reaktionsprodukte, die aus NO_3^--Ionen und Brucin bei der colorimetrischen Natriumbestimmung in Abwässern entstehen und die Reproduzierbarkeit verringern. Sie trennen und identifizieren die Reaktionsprodukte papierchromatographisch.

Als Laufmittel dient ein Gemisch aus n-Butanol, Butylacetat, Essigsäure und Wasser im Verhältnis 1:1:2:1. Versetzt man den Nitratstandard in schwefelsaurer Lösung mit Brucin und kühlt das Gemisch rasch ab, so zeigt sich Rotfärbung; verläuft die Reaktion ohne Kühlung bei 60° C, so entsteht Gelbfärbung. Mit der Papierchromatographie können Pikrinsäure, Dinitrostrychnolcarbonsäure, 3,5-Dinitrobenzoesäure, Bisdesmethylbrucin und Nitrobisdesmethylbrucin identifiziert werden. Eine nichtpolare Substanz, die einen Fleck bei $R_f = 0{,}97$ bildet, konnte nicht identifiziert werden. Bei Kühlung nach der Reaktion, also bei Rotfärbung, entstehen als Hauptprodukte Bisdesmethylbrucin und sein Nitroderivat; beide sind in Schwefelsäure unbeständig und werden in Pikrinsäure, Dinitrostrychnolcarbonsäure und 4,5-Dinitrobenzoesäure gespalten; das ist der Grund für die schlechte Reproduzierbarkeit der Reaktion. Der relative Fehler ist größer als 20%. Bei der Nitratbestimmung bei höherer Temperatur ohne Kühlung wird die Gelbfärbung hauptsächlich durch Pikrin- und die Dinitrostrychnolcarbonsäure verursacht; diese Art der Bestimmung eignet sich gut für die colorimetrische Nitratbestimmung. Der relative Fehler liegt z. B. bei einer Bestimmung von 5 mg NO_3^-/l bei $\pm$ 0,47%, bei der Bestimmung von 40 mg NO_3^-/l bei $\pm$ 1,68%. Am günstigsten ist die Messung der noch warmen Probe zwischen der 4. und 5. min nach der Reaktion.

[1] Collect. czechoslov. chem. Commun. **24**, 3763—3767 (1959). Prerauer Maschinenfabrik, Forsch. Abt., Prag u. Forsch. Inst. f. Wasserwirtschaft, Prag (ČSR).

Liselott Johannsen

Eine Apparatur für die Analyse von Nitraten und Stickoxyden wird von F. Vrátný[1] beschrieben. Das Reaktionsgefäß, in dem sich die Probe befindet, wird zur Entfernung der flüchtigen Bestandteile auf 10^{-6} mm evakuiert. Anschließend wird die Substanz thermisch zersetzt. Die entweichenden Gase gehen über ein Silber- oder Platindrahtnetz und anschließend durch eine mit flüssigem Stickstoff gekühlte Falle, in der NO_2 und N_2O_3 kondensiert werden. Das Restgas, welches NO, N_2O, O_2 und N_2 enthalten kann, wird bei 800° C über Nickelasbest geleitet. Zur Darstellung dieses Nickelasbests werden Asbestfasern mit einer ammoniakalischen Lösung von Nickelnitrat getränkt, auf 800° C erhitzt und anschließend bei der gleichen Temperatur mit Wasserstoff reduziert. Das fein verteilte Nickel wird durch die Stickoxyde und den Sauerstoff oxydiert. Das übrigbleibende Gas geht erst durch eine Kühlfalle und wird dann durch eine Töpler-Pumpe in einen Kolben bekannten Volumens gebracht. Durch Messung des Drucks wird die Menge an N_2 bestimmt. Das Ni-NiO-Gemisch wird bei 800° C mit bekannten Mengen H_2 reduziert. Das entstehende Wasser und der überschüssige Wasserstoff werden gemessen. Daraus ergibt sich die an Nickel gebundene Menge Sauerstoff und zusammen mit dem gemessenen Stickstoff die Menge an Stickoxyden. Ebenso wird mit den in der ersten Falle kondensierten Gasen, NO_2 und N_2O_3, verfahren.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **21**, 579—583 (1959). Purdue Univ. Lafayette, Ind. (USA).

G. Denk

Der Nachweis von geringen Mengen Nitrat und Nitrit kann nach E. G. C. Clarke[1] mit *2-(N-benzylanilinmethyl)iminazolin (Antazolin)* als Tüpfelreaktion geführt werden. In saurer Lösung bildet Nitrat damit eine tiefrote, Nitrit eine hellgelbe Lösung, die mit überschüssigem Nitrit orange wird. Bei Mikrotropfen von 0,1 μl lassen sich noch 0,05 μg Nitrat und 0,005 μg Nitrit erkennen. — *Nachweis von Nitrat oder Nitrit.* Man gibt zu 1 Tr. der Probelösung 1 Tr. einer 1%igen wäßrigen Lösung von Antazolinhydrochlorid und 1 Tr. konz. Schwefelsäure. — *Nitrat neben Nitrit.* 1 Tr. der Probelösung versetzt man mit 1 Tr. nitratfreier 5%iger Amidosulfonsäure und 1 Tr. einer 5%igen Lösung von Antazolinhydrochlorid in konz.

Schwefelsäure. Nitrat läßt sich noch neben der 20fachen Nitritmenge erkennen, sofern dessen Konzentration nicht mehr als 1% beträgt. Oxydationsmittel, wie Chlorat, Bromat, Jodat, Chromat, Hypochlorit, Vanadat, Peroxydisulfat und ebenso Arsenit, Thiosulfat und Rhodanid stören. — *Nitrit neben Nitrat.* Zu 1 Tr. der Probelösung gibt man eine 1%ige Lösung von Antazolinhydrochlorid in 5 n Salzsäure. Bromat, Chromat, Hypochlorit, Permanganat, Vanadat, SeO_2, Sulfit, Thiosulfat und große Mengen Jodid und Chlorat stören.

[1] Analyst **84**, 662—663 (1959). Royal Veterinary College, London (England).
G. Denk

Phosphor. *Zur spektrophotometrischen Bestimmung* extrahieren H. Kitagawa und N. Shibata[1] den Phosphorvanadatmolybdatkomplex mit Methylisobutylketon und messen die Absorption des Extraktes bei 400 nm (0—0,2 mg/25 ml) oder 490 nm (0—2,0 mg/25 ml). Die Eichkurven sind in diesen Bereichen gerade. Die Extraktion ist in 1,2—1,6 n perchlorsaurer, salz-, salpeter- und schwefelsaurer Lösung quantitativ. Temperatur und Zeit haben keinen wahrnehmbaren Einfluß, der extrahierte Komplex ist sehr stabil. Viele störende Elemente können dadurch beseitigt werden, daß man Citronensäure zusetzt und sofort nach der Farbentwicklung extrahiert. Dann sind neben 0,10 mg P 1 g Ni, Co, Mn, Cu, Al, Mg, Zn und Fe^{III}, bis zu 100 mg Cr (das vorher mit $NaNO_2$ zu Cr^{III} reduziert werden muß), bis zu 50 mg Ti^{IV}, 500 mg Bi, 10 mg Sb^{V} und Sn^{IV}, 0,5 mg As und Si noch zulässig. — An Nichteisenmetallen werden mit dieser Methode gute Ergebnisse erhalten.

[1] Jap. Analyst **8**, 302—306 (1959) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Hitachi Central Res. Lab., Kokubunji, Tokyo (Japan). Margot Zimmermann

Noch 0,02 µg anorganischer und organischer Phosphor je Quadratzentimeter auf Papierchromatogrammen lassen sich nach einer neuen Methode von H. Rosenberg[1] nachweisen. Man benetzt das entwickelte und zuvor getrocknete Papierchromatogramm mit einer frisch bereiteten Lösung aus 3 ml 5%iger Ammoniummolybdatlösung, 7 ml 5 n Salzsäure und Aceton zu 100 ml, trocknet in einem warmen Luftstrom, taucht das Chromatogramm in eine „Reduktionslösung" (siehe unten) und kann nach nochmaligem Trocknen nach 2 min an blauen Flecken auf weißem Grund Phosphat erkennen. Will man die Flecken konservieren, so taucht man das Chromatogramm zum Schluß in eine Mischung aus 1 Teil 5 n Salzsäure und 9 Teilen Aceton und trocknet. — Der Verf. konnte so PO_4^{3-}, $P_2O_7^{4-}$, *Adenosintri-* und *-diphosphat, Phosphorcreatin, Äthanolaminphosphat, nicht* aber Adenosinmonophosphat und Glycerophosphat nachweisen. — *Reduktionslösung.* Man löst zunächst 2 g Vanadiumpentoxyd in 20 ml kochender konz. Salzsäure, läßt 10 min lang bis zur blaugrünen Färbung weiter kochen, füllt mit 6 n Salzsäure auf 37 ml auf, verdünnt mit Wasser auf 400 ml und erhält so eine Vanadylchloridlösung. Zur Herstellung des Reagenses füllt man 20 ml dieser Lösung mit Aceton auf 100 ml auf. Dann gibt man 250 mg Zinkstaub zur grünen Lösung und schüttelt, bis die Lösung klar und braun ist (10—20 sec). Die dekantierte Lösung muß sofort verwendet werden.

[1] J. Chromatogr. (Amsterdam) **2**, 487—489 (1959). Nat. Univ. Canberra, A.C.T. (Australien). Klaus Brodersen

Die bekannte *photometrische Bestimmung der Phosphorsäure als Molybdatophosphorsäure nach Extraktion mit organischen Lösungsmitteln* wird von M. Ishibashi und M. Tabushi[1] nochmals untersucht. Die Extraktion mit Butylacetat verläuft quantitativ und sehr gut reproduzierbar aus 0,5 n salzsaurer Lösung, die 0,5% Natriummolybdat enthält. Kleine Abweichungen von diesen Konzentrations-

verhältnissen bedingen nur sehr kleine Fehler. Gemessen wird im Maximum der Absorptionskurve bei 310 nm gegen eine Blindprobe ($\varepsilon_{310} = 23000$ [$1 \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$]). Das Beersche Gesetz ist bis 30 μg in 10 ml Butylacetat erfüllt. Silicium, Germanium und Arsen(III) werden nicht extrahiert, Arsen(V) und andere 4- und 5wertige Metalle stören. Es werden Analysenbeispiele für Stähle und Roheisen angegeben; für die Bestimmung von Phosphorsäure in Meerwässern ist eine vorhergehende Anreicherung mit Magnesium oder Eisen(III)-hydroxyd notwendig.

[1] Jap. Analyst **8**, 589—593 (1959) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Kyoto Univ. (Japan). H. Specker

J. C. Guffy und G. R. Miller[1] analysieren *Polyphosphorsäuren* nach der *kernmagnetischen Resonanzmethode*. Sie machen Gebrauch von der Tatsache, daß isoliertes *Mono-(Ortho-)phosphat, Mittelgruppen und Endgruppen von Phosphaten* je 1 Resonanzspitze ergeben. Diese 3 Spitzen sind sauber voneinander getrennt. Eichung erfolgt mit Substanzen bekannter Zusammensetzung. — Wegen experimenteller Einzelheiten muß auf das Original verwiesen werden. — Die Methode ist sehr schnell durchzuführen und soll mindestens ebenso genau sein wie irgendeine der bekannten nassen Bestimmungsmethoden.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 1895—1897 (1959). California Res. Corp., Richmond, Calif. (USA). W. Dewald

Die Trennung des Antimon(V) von Kupfer, Cadmium, Kobalt und Eisen(III) führen S. S. M. A. Khorasani und M. H. Khundkar[1] so durch, daß das Antimon in Gegenwart von Weinsäure von einem Kationenaustauscher nicht gebunden wird, während die anderen Metalle festgehalten werden. — *Vorschrift zur Analyse von Schwermetallantimonaten.* Die Lösung von 200—400 mg des Antimonates in konz. Salzsäure wird mit verd. Natronlauge neutralisiert und dann mit der berechneten Menge an Weinsäure (etwa 16—20mal so viel wie Antimon vorliegt, meist etwa 2,3 g) versetzt, so daß eine klare Lösung entsteht. Diese läßt man durch eine Säule mit 10 g Zeo-Carb 225 in H-Form mit einer Geschwindigkeit von etwa 30—40 Tr./min laufen. Die Säule wird mehrere Male mit Wasser gewaschen. Im Durchlauf + Waschwasser wird das Antimon(V) jodometrisch titriert. Die gebundenen Kationen werden durch Salzsäure passender Stärke eluiert und in bekannter Weise bestimmt. Die Ergebnisse sind gut. Auch Blei, Nickel und Chrom(III) werden vom Kationenaustauscher unter den vorliegenden Bedingungen gebunden, Quecksilber(II) und Zinn(II) u. (IV) lassen sich aber auf diese Weise nicht abtrennen.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **21**, 406—410 (1959). Univ. Dacca (Ost-Pakistan). R. Klement

Wismut. *Noch 0,2 mg Wismut* in 20 ml Lösung können nach M. Bobtelsky und B. Carmon[1] heterometrisch mit 0,0025 m Kaliumjodidlösung bestimmt werden, wenn 20 ml Lösung 1 ml 1 m Salpetersäure, 1 ml 0,5 m Magnesium-, Zink- oder Aluminium-nitratlösung und 8 ml 0,004 m Thiocarbanilidlösung (TCA) in 50%igem Alkohol enthalten. Es stören dabei selbst in großem Überschuß nicht: Ca^{2+}, Ba^{2+}, Mg^{2+}, Zn^{2+}, Ni^{2+}, Co^{2+}, Al^{3+}, Cr^{3+}, Cd^{2+}, Pb^{2+}, Th^{4+}, UO_2^{2+}, Zr^{4+} oder Ce^{3+}. Der Endpunkt wird bei einem Molverhältnis von 1 Bi:8 J^- erreicht. — Etwa *0,2 mg Wismut* in 20 ml-Lösung, die 1 ml 1 m Salpetersäure und 2—5 ml 0,05 m Kaliumjodidlösung enthalten, können aber auch durch heterometrische Titration mit 0,001—0,00125 m Thiocarbanilidlösung in 50%igem Alkohol bestimmt werden. Der Endpunkt der Titration wird hierbei erreicht bei einem Molverhältnis von 1 Bi:2 TCA. — *2,25 mg Thiocarbanilid* in 20 ml Lösung, die 1 ml 1 m Salpeter-

säure und 1 ml 0,05 m Kaliumjodidlösung enthalten, lassen sich heterometrisch mit 0,001 m Wismutnitratlösung titrieren. Der Endpunkt wird bei dieser Titration bei einem Molverhältnis 1 Bi:4 TCA erreicht.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **21**, 515—523 (1959). Hebrew Univ., Jerusalem (Israel). KLAUS BRODERSEN

Nach L. BARCZA und E. KÖRÖS[1] kann *Wismut mit ÄDTA* bei p_H 0,7—1,2 neben anderen 2wertigen Schwermetallen titriert werden, wenn Hg^{2+} mit Rhodanid maskiert und Methylthymolblau als Indicator verwendet wird. — *Ausführung. 1. Wismut neben Blei, Zink, Cadmium oder Eisen(II).* 50—60 ml der Probelösung werden mit Salpetersäure auf p_H 0,7—1,2 gebracht. Man setzt eine Verreibung 1:100 vom Indicator (3,3′-bis[N,N-di(carboxymethyl)aminomethyl]-thymolsulfonphthalein) mit Kaliumnitrat zu und titriert mit 0,05 m ÄDTA-Lösung von Blau- auf Gelbfärbung. — Zur Bestimmung des Gehaltes an Pb^{2+}, Zn^{2+}, Cd^{2+} oder Fe^{2+} wird mit Urotropin neutralisiert und wieder mit ÄDTA-Lösung auf Gelbfärbung titriert. — *2. Wismut neben Quecksilber(II).* a) Man verfährt wie oben, setzt jedoch 30% 0,1 m Kaliumrhodanidlösung zur Bildung von $[Hg(SCN)_4]^{2-}$ im 20—30%igen Überschuß zu und titriert wie oben zur Wismutbestimmung. Jetzt wird durch Zusatz von 0,1 m Silbernitratlösung (1—2 ml im Überschuß) alles Rhodanid ausgefällt, mit Urotropin neutralisiert und das Hg^{2+} mit ÄDTA wie oben titriert. — b) Nach Einstellung auf den p_H-Wert wie zuvor fügt man einige Tropfen 10%ige Eisen(III)-nitratlösung zu und titriert das Quecksilber mit 0,1 m KSCN-Lösung von Gelb auf Rot. Nach Zugabe eines 20—30%igen Überschusses 0,1 m KSCN-Lösung, von etwas Ascorbinsäure und Methylthymolblau-Indicator wird das Wismut mit ÄDTA titriert. — *3. Wismut und Zink in Talkum-Präparaten.* Etwa 0,12 g Substanz werden in einem 200 ml-Erlenmeyer-Schliffkolben mit 2 ml 30%iger Salpetersäure geschüttelt, mit 5 ml Chloroform versetzt, wieder geschüttelt und mit Wasser auf etwa 60 ml verdünnt. Die Bestimmung wird dann wie unter 1. durchgeführt. — *4. Wismut und Quecksilber in Salben.* 1 g wird mit 5ml 30%iger Perchlorsäure auf dem Wasserbad bis zum Schmelzen erhitzt und geschüttelt. Nach dem Abkühlen schüttelt man bis zur völligen Auflösung mit 10 ml Chloroform, verdünnt dann auf 60—70 ml und verfährt weiter nach 2a).

[1] Chemist-Analyst **48**, 94—95 (1959). Univ. Budapest (Ungarn).
KLAUS BRODERSEN

Niob. Der Komplex, den *N-Benzoyl-N-phenylhydroxylamin* mit Niob bildet, und der schon früher[1] zur *Trennung von Niob von Tantal und anderen Elementen* vorgeschlagen worden ist, wird von A. K. MAJUMDAR und A. K. MUKHERJEE[2] näher untersucht. Der bräunlich gefärbte Niederschlag, den man nach der früher gegebenen Vorschrift[1] erhält, ist in Wasser, Äthyl- und Amylacetat, Aceton, Tetrachlorkohlenstoff und Benzol unlöslich. Dagegen ist er sehr gut löslich in Chloroform. Der Komplex hat wahrscheinlich die Formel $\left(\begin{matrix}C_6H_5—C=O\\ \quad\quad\quad|\\ C_6H_5—N—O\end{matrix}\right)_3\!\!\diagdown\!\!\diagup NbO$. Er ist in lufttrockenem Zustand bis 229° C stabil. Der Niederschlag kann deshalb bei der gravimetrischen Bestimmung bei 110° C getrocknet und direkt zur Auswaage gebracht werden. Der entsprechende Komplex des Tantals ist in der Hitze nicht so beständig. Hier muß zur Bestimmung das Verglühen zum Oxyd beibehalten werden.

[1] MAJUMDAR, A. K., u. A. K. MUKHERJEE: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **19**, 23 (1958); vgl. diese Z. **166**, 150 (1959). — [2] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **21**, 245—247 (1959). Jadavpur Univ., Calcutta (Indien). MARGOT ZIMMERMANN

Über die maßanalytische Bestimmung von Mikromengen Schwefelwasserstoff berichtet E. Kasper[1] in einem Vorbericht. Verf. benutzt die von L. Erdey und E. Bányai[2] angegebene Methode. Bei dieser Fällungsaustauschreaktion werden die bei der Einwirkung von Schwefelwasserstoff auf schwerlösliches Bleioxalat freiwerdenden Oxalationen mit Kaliumpermanganat titriert. Da bei der Bestimmung stets Minusfehler auftreten, muß in die Berechnung ein empirischer Faktor eingebaut werden. Ist v der Verbrauch an 0,01 n Kaliumpermanganatlösung in Milliliter, $a = 0{,}211$ und $b = 0{,}044$, so gilt im Bereich von 0,002—0,460 mg Schwefelwasserstoff/60 ml der Ausdruck: Milligramm $H_2S = av - vb \cdot \lg v$. Bei der visuellen Titration des Oxalats wird durch überschüssige Zugabe von 1—2 Tr. 0,01 n Kaliumpermanganatlösung auf Blaßrosa titriert. Um äußere Einflüsse auszuschalten, ist jedoch die Dead stop-Methode vorzuziehen. Das Verfahren eignet sich nicht nur zur *Bestimmung des Schwefelwasserstoffs in der Luft* (noch 150 μg H_2S/m^3 bei Anwendung von 100 l Luft), sondern auch zur *Bestimmung des Gesamtschwefels in organischem und anorganischem Material* nach Reduktion zu Schwefelwasserstoff sowie zur *Bestimmung von chemisch gebundenem Wasser nach Umsetzung mit Kaliumthiocyanat*. Kohlendioxyd und Schwefeltrioxyd stören nicht. Der Einfluß von Schwefeldioxyd, der Plusfehler bedingt, ist eliminierbar. Der Luftsauerstoff macht sich nur bei sehr geringer Schwefelwasserstoffkonzentration bemerkbar.

[1] Chem. Techn. **11**, 616—617 (1959). Inst. Post- u. Fernmeldewesen, Berlin. — [2] Diese Z. **161**, 16 (1958). R. Ellmer

Die Bestimmung von Sulfat führen V. Nicolaescu und S. Ioan[1] aus, indem sie das Sulfation mit einer gemessenen überschüssigen Menge 0,1 n $BaCl_2$-Lösung fällen, die Flüssigkeit nach zweistündigem Stehen auf ein bestimmtes Volumen (250 ml) auffüllen, durch ein trockenes Filter filtrieren und das unverbrauchte Barium im Filtrat flammenphotometrisch bestimmen (Propan-Luftflamme). Nach den mitgeteilten Beleganalysen sind die Ergebnisse gegenüber der klassischen gravimetrischen Sulfatbestimmung um 1,2—5,7% (relativ) zu niedrig; trotzdem wird das Verfahren zur *Sulfatbestimmung in freier Schwefelsäure* und zur *Schwefelbestimmung im Pyrit* empfohlen. Der Pyrit wird wie üblich in Salpeter-Salzsäure (3:1) gelöst. Die Abscheidung des Eisens (und Kupfers) in der Lösung erfolgt nach dem Zinkoxydverfahren. Im Filtrat wird die Sulfatbestimmung wie angegeben durchgeführt.

[1] Rev. Chim. (Bucarest) **10**, 610 (1959) [Rumänisch]. (Mit engl. Zus.fass.) A. Kurtenacker

Die Trennung von Tellur(IV) und Eisen(III) in salzsaurer Lösung beschreiben S. Hikime, H. Yoshida und Y. Uzumasa[1]. In Gegenwart von Kaliumthiocyanat wird das Eisen mit n-Tributylphosphat extrahiert, während Te in der wäßrigen Phase zurückbleibt. Die geringen Mengen Te, die mit in die organische Phase gehen (bei p_H 0,4 ~ 5%, bei p_H 1,0 20%) können mit 0,1 n Salzsäure rückextrahiert werden. — *Ausführung.* Zu 10 ml der salzsauren Probelösung mit etwa 250—350 μg Te und 0,35—35 mg Fe gibt man 500 mg KSCN, stellt auf p_H 0,4 ein und schüttelt mit 10 ml Tributylphosphat 2 min lang aus. Die organische Phase wird abgetrennt und mit 10 ml 0,1 n Salzsäure 1 min rückextrahiert. Die wäßrigen Lösungen werden vereinigt und zentrifugiert. Die Elemente können dann photometrisch bestimmt werden. — Bei dieser Arbeitsweise findet man 99% des Te in der wäßrigen und 99,9% des Fe in der organischen Phase.

[1] Jap. Analyst **8**, 531—535 (1959) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Hokkaido Univ. (Japan). Margot Zimmermann

Molybdän. *Untersuchungen über die colorimetrische Mikrobestimmung von Molybdän* (1—10 μg) nach Reduktion des Rhodanids mit Zinn(II)-chlorid oder Hydrazin führten H. Gotô und S. Ikeda[1] aus. Der orangerote Rhodankomplex von der Formel $[MoO(SCN)_5]^{2-}$ kann mit Essigsäureestern, Alkoholen oder Gemischen von Estern oder Alkoholen mit CCl_4 oder $CHCl_3$ extrahiert werden. Die Absorptionsmaxima der mit $SnCl_2$ reduzierten Verbindung liegen bei 335 und 468 nm, der mit N_2H_4 reduzierten bei 320 und 460 nm. Die Bestimmung wird durch Eisen, Wolfram und Vanadium, bei Hydrazin auch durch Kobalt gestört. — *Ausführung.* 1. Man mischt die Probelösung mit 2 ml 20%iger KSCN-Lösung, so viel konz. Salzsäure, daß die Lösung zum Schluß 0,9—1 n daran ist und 2 ml 20%iger Zinn(II)-chloridlösung und verdünnt auf 10 ml. Dann schüttelt man mit 5 ml des organischen Lösungsmittels (z.B. Essigsäureäthylester oder Isobutanol) aus, trennt nach 1—2 min und mißt die Extinktion in einer 1 cm-Zelle gegen eine Lösung der Reagentien. — 2. Man versetzt die Probelösung mit so viel Schwefelsäure, daß die Endlösung daran 1 n ist, verdünnt auf 7 ml, gibt 1 ml 2%ige Hydrazinsulfat- oder -chloridlösung hinzu, erwärmt 5 min auf 70° C, versetzt nach dem Abkühlen mit 2 ml KSCN-Lösung, extrahiert mit 5 ml des organischen Lösungsmittels und mißt die Extinktion gegen eine Lösung der Reagentien.

[1] Sci. Rep. Res. Inst. Tôhoku Univ., Ser. A, **11**, 276—284 (1959). Res. Inst. for Iron, Steel and Other Metals (Japan). G. Denk

Über die oxydimetrische Bestimmung von Molybdän nach Reduktion zu Mo^{III} *mit Amalgamen* führten J. Doležal, B. Moldán und J. Zýka[1] Untersuchungen durch. In salzsaurer oder stark chloridhaltiger Lösung (mindestens 6 n an Cl^--Ionen) entsteht durch Reduktion mit Zink-, Cadmium- oder Bleiamalgam eine rote Lösung von dreiwertigem Molybdän, in der wahrscheinlich das Ion $[MoCl_6]^{3-}$ vorliegt. Nur diese rote Form von Mo^{III}, die beständiger ist als die grüne, gibt bei der oxydimetrischen Titration gut reproduzierbare Werte. Die Titration kann mit 0,1 n Lösungen von $K_2Cr_2O_7$, $Ce(SO_4)_2$, $KBrO_3$, KJO_3, Chloramin T, NH_4VO_3, $NH_4Fe(SO_4)_2$, $K_2H_2Sb_2O_7$, $CuSO_4$ und J_2 durchgeführt werden. Als Anwendungsbeispiel wird die *Analyse von Ferromolybdän* beschrieben: Man löst 1 g der fein gepulverten Legierung unter gelindem Erwärmen mit einem Gemisch aus 5 ml Salzsäure (1:1) und 10 ml Salpetersäure (1:1), raucht mit 5 ml konz. Schwefelsäure ab bis weiße Nebel entweichen, verdünnt nach dem Erkalten auf 20 ml und gibt 20 ml konz. Salzsäure hinzu. Durch mäßiges Erwärmen löst man den Niederschlag völlig auf, fügt 40 ml konz. Salzsäure hinzu und verdünnt im Meßkolben auf 100 ml. 10 ml dieser Lösung reduziert man mit Zinkamalgam (siehe unten) zu rotem Mo^{III}, welches man nach Abtrennen vom Amalgam mit 0,1 n $K_2Cr_2O_7$-Lösung potentiometrisch titriert. Die drei auftretenden Potentialsprünge entsprechen den Vorgängen $Mo^{III} \rightarrow Mo^{V}$, $Mo^{V} \rightarrow Mo^{VI}$ und $Fe^{II} \rightarrow Fe^{III}$. Die Analyse kann in 4—5 Std durchgeführt werden. Ein geeignetes Gefäß für die Reduktion und Titration wird beschrieben. — Zur *Darstellung des Zinkamalgams* erwärmt man 10 g Zinkgranalien und 300 g Quecksilber unter 5%iger Schwefelsäure 2—3 Std auf dem Wasserbad, wäscht mit dest. Wasser und bewahrt die flüssige Legierung mit amalgamierten Zinkgranalien in einem Scheidetrichter auf. Die Reduktion des Molybdats wird unter Stickstoff, der mit Pyrogallollösung und stark saurer $CrCl_2$-Lösung gereinigt wird, durchgeführt.

[1] Collect. czechoslov. chem. Commun. **24**, 3769—3776 (1959). Karlsuniv. Prag (ČSR). G. Denk

Die Abtrennung von Technetium-99 aus bestrahltem Uran-235 entweder durch Ausfällung zusammen mit Molybdat oder durch Anionenaustausch, wird von F. Ichikawa[1] untersucht. Die Fällung des Molybdats erfolgt mit Blei-, Calcium-, Barium- oder Silbersalzen. ^{99}Tc emittiert lediglich γ-Strahlen, während ^{99}Mo

β- und γ-Strahlen aussendet. Das radioaktive Gleichgewicht zwischen den beiden Radioelementen hat sich nach 24 Std eingestellt. Bei der Trennung durch Anionenaustauscher wird das Technetium zusammen mit ^{99}Mo an einer Austauschersäule, die in der Hydroxydform vorliegen muß, adsorbiert. Das Technetium kann anschließend durch 3—7 n Salpetersäure gelöst werden. — *Ausführung. 1. Gemeinsame Fällung mit Molybdat.* Frühestens 1 Tag nach der Bestrahlung fällt man 1 ml der Probelösung mit 2 ml einer 5%igen Lösung von Bleinitrat, Calciumchlorid, Bariumchlorid, Silber- oder Uranylnitrat. Um vollständige Fällung zu erreichen, muß bei Verwendung von $CaCl_2$ noch 1 ml 3 m Ammoniak zugegeben werden. Man zentrifugiert oder filtriert und mißt im Niederschlag und im Filtrat die β- und γ-Aktivität. Durch Vergleich mit den Aktivitäten vor der Fällung läßt sich der Gehalt des Niederschlags an Technetium berechnen. Je nach dem Kation bleiben noch 50—70% des Technetiums in Lösung. — *2. Trennung durch Anionenaustausch.* Die Lösung von 5 mg der Probe in 1—2 ml Wasser gibt man auf eine Säule (1 × 5 cm) mit Dowex 1 (100—200 mesh, OH^--Form), wäscht mit 100 ml 10%iger Natronlauge und eluiert dann das Technetium mit 7 n Salpetersäure. Im Eluat werden etwa 50% des angewandten Technetiums gefunden.

[1] Bull. chem. Soc. Japan **32**, 1126—1129 (1959). Atomic Energy Res. Inst. Tokai, Ibaraki (Japan). G. Denk

Mikrogrammengen Rhenium bestimmen K. S. Pachomova und L. P. Volkova[1] polarographisch. Als Leitsalzlösung dient eine 2 n Natriumchloridlösung von p_H 9,5—10, welche 1,5 g Natriumsulfit in 25 ml enthält. Bei Konzentrationen von mehr als 4—5 μg Re/ml muß noch Gelatine als Maximumdämpfer zugesetzt werden. Das Halbstufenpotential beträgt —1,4 V. Die Depolarisation an der Quecksilbertropfelektrode gehorcht nicht dem Diffusionsgesetz, ist aber auch kein rein katalytischer Vorgang, da der Temperaturkoeffizient 2,3% je Grad Celsius beträgt. Es stören nicht: Fe, Mn, As, Sb, Bi, Se, Co und W bis zu 1 mg/ml, Mo bis zu 0,2 mg/ml und Cr bis zu 0,001 mg/ml, sowie Nitrate. Die Empfindlichkeit der Bestimmungsmethode beträgt 0,2 μg Re/ml. Das Verfahren eignet sich zur Re-Bestimmung in Molybdäniten; in Einwaagen von 3—0,05 g können 10^{-4} bis $5 \cdot 10^{-1}$% Re erfaßt werden.

[1] Zavodskaja Laborat **25**, 1291—1292 (1959) [Russisch]. Allunions Inst. für mineralische Rohstoffe, UdSSR. H. Wunderlich

Eisen. *Für die Bestimmung des metallischen Eisens in Gegenwart von Fe^{2+}- und Fe^{3+}-Ionen* benutzen F. Marion und J. Aubry[1] die Umsetzung mit *Triammoniumtetrathiocyanato-argentat:* $2(NH_4)_3[Ag(SCN)_4] + Fe \rightarrow (NH_4)_4[Fe(SCN)_6] + 2NH_4SCN + 2\,Ag$. Das benutzte Reagens greift bei p_H 4,5 in der Kälte nur das metallische, nicht dagegen das ionogen gebundene Eisen an. Durch einen Zusatz von Chlorammonium wird dieser Angriff beschleunigt[2]. Der gebildete Hexathiocyanatoferratkomplex ist an der Luft infolge der Gegenwart des reduzierten Silbers beständig. Man kann daher das Reagens lange ohne Gefahr einwirken lassen. Der Komplex wird dann mit Quecksilber(II)-nitrat zerstört[3]; durch diese Lösung werden alle Thiocyanationen als Silber- bzw. Quecksilbersalze gefällt. Die Eisenbestimmung erfolgt schließlich cerimetrisch. In dem nach der Reaktion zurückbleibenden Gemisch der Oxyde und abgeschiedenen Silbers entfernt man das Silber durch Bromierung und führt die Analyse der Eisenoxyde durch. — *Arbeitsweise.* Probegut *(Eisenschwamm)* mit höchstens 0,2 g metallischem Eisen wird in einem Becherglas mit 50 ml Reaktionslösung (120 g NH_4SCN, 40 g AgSCN, 40 g NH_4Cl, 8 g CH_3COOH, 8 g CH_3COONa auf 1 l) versetzt. Man läßt unter magnetischem Rühren 15 min reagieren. Sind die Metallkörner größer als 1 mm $\varnothing$ oder mit

Oxydhäuten bedeckt, dauert die Reaktion länger. Man filtriert durch einen Filtertiegel der Porosität 3 und wäscht zunächst mit Ammoniumthiocyanatlösung (50 g/l), dann mit Wasser. Vom Filtrat werden 10 ml abgenommen, mit einigen Tropfen Schwefelsäure (1:9) angesäuert und mit 1 Tr. Eisen(III)-sulfatlösung (10 g/l, mit Schwefelsäure [1:9] angesäuert) versetzt. Aus einer Bürette wird Quecksilber(II)-nitratlösung (250 g/l, mit einigen Millilitern Essigsäure angesäuert) bis zum Verschwinden der roten Farbe und darüber hinaus 2—3 ml im Überschuß zugegeben. Man verdünnt auf 100 ml, läßt den Niederschlag 2 min absitzen, filtriert und wäscht mit 100 ml Wasser. Dem Filtrat werden 20 ml Schwefelsäure (1:9) und 2 Tr. 0,025 m o-Phenanthrolinferrosulfatlösung (Ferroin) zugesetzt. Man titriert mit Cer(IV)-sulfatlösung gerade bis zum Verschwinden der rosa Färbung. Der Filtertiegel mit dem Rückstand (Ag, Fe^{2+}, Fe^{3+}) wird in einem Becherglas mit 100 ml Bromierungsreagens (20 ml Brom, 500 g KBr, 50 g CH_3COONa auf 1 l) überschüttet und 30 min bei 80° C gehalten. Dann vertreibt man das Brom durch Kochen, nimmt den Tiegel heraus und filtriert die heiße Lösung durch den Tiegel. Man wäscht zunächst mit heißer KBr-Lösung (300 g/l) und schließlich zur vollständigen Entfernung aller Bromide mit Wasser. Der so vom Silber befreite Rückstand wird in Salzsäure (1:1) unter Schutzgas gelöst, in der Lösung werden Fe^{2+} und Fe^{3+} getrennt bestimmt, oder Fe^{3+} wird durch Differenz aus dem Gesamteisengehalt ermittelt. — Die Methode eignet sich zur *Bestimmung von metallischem Eisen in Schlacken.*

[1] Chim. analytique **41**, 401—407 (1959). Fac. Sci. Lille und Fac. Sci. Nancy (Frankreich). — [2] Uhlig, H. H.: Corrosion Handbook, S. 131. J. Wiley and Sons, New York 1948. — [3] Burriel-Martí, F., u. F. Lucena-Conde: An. Real. Soc. españ. Física Quím. **44**, 95 (1948). S. Eckhard

A. K. Majumdar und S. P. Bag[1] beschreiben eine *spektrophotometrische Bestimmungsmethode von Eisen mit Chinolinsäure.* Chinolinsäure bildet mit Eisen(II) in Anwesenheit von Kaliumcyanid einen orangegelben 1:1-Komplex, der bei 440 nm ein Absorptionsmaximum zeigt. Das Beersche Gesetz ist für 1—16 ppm Fe^{II} erfüllt, für 4—16 ppm beträgt der relative Fehler 2,94%. Der molare Extinktionskoeffizient ist 2946. — *Ausführung.* In einem 25 ml-Meßkolben gibt man zur Eisenlösung 1 ml 1%ige Hydroxylaminhydrochloridlösung, 6 ml 1%ige, wäßrige Chinolinsäurelösung und 10 ml 0,15 m (etwa 1%ige) Kaliumcyanidlösung und füllt mit Wasser auf. Man mißt die Extinktion bei 440 nm in 1 cm-Quarzküvetten im Hilger-Uvispeck. — Die Alkalien, Silber, Chlorid, Jodid, Nitrat, Sulfat, Acetat, Tartrat, Vanadat und Molybdat stören nicht. Neben 8 ppm Eisen dürfen nur anwesend sein: 100 ppm Cd, 150 Pb, 60 Hg^{II}, 150 Al, 70 Zn, 80 Mn, 40 Co, 50 Ni, 100 Ca, 80 Ba, 75 Sr, 100 Mg, 150 Th, 30 Ti und 200 UO_2^{2+}.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **21**, 324—330 (1959). Jadavpur Univ., Calcutta (Indien). Margot Zimmermann

Die colorimetrische Bestimmung von Eisen mit o-Phenanthrolin oder Bathophenanthrolin ist nach F. H. Lohman, D. F. Kuemmel und E. M. Sallee[1] auch neben Phosphat und Zirkonium möglich, wenn man eine Extraktion mit Isopropyläther einschaltet. Eisen kann dann mit genügender Genauigkeit in *Zirkoniumoxychlorid, Calciumortho-* und *-pyrophosphat, Natriumdihydrogen-* und *Dinatriumhydrogenphosphat, Diammoniumhydrogenphosphat* und *Natriumtriphosphat* bestimmt werden. — *Ausführung.* Eine Probemenge mit 30—250 µg Fe (bei o-Phenanthrolin) oder 10—60 µg (bei Bathophenanthrolin) wird in 10 ml 8 n Salzsäure gelöst und mit genau 8 ml Salzsäure in einen 125 ml-Scheidetrichter übergeführt. Man gibt 1 Tr. 1 n Kaliumpermanganatlösung zu, mischt und schüttelt mit 25 ml Isopropyläther 1 min kräftig durch. Die wäßrige Phase wird in einem

zweiten 125 ml-Scheidetrichter noch einmal mit 25 ml Isopropyläther 1 min ausgeschüttelt. Die wäßrige Phase wird dann verworfen. Man extrahiert nun das Eisen aus dem Äther, indem man den zweiten Extrakt mit 25 ml dest. Wasser 1 min schüttelt und die wäßrige Phase zum ersten Extrakt gibt, diesen ebenfalls 1 min schüttelt und die Phasen sich trennen läßt. Die colorimetrische Bestimmung wird dann entweder mit o-Phenanthrolin nach W. B. Fortune und M. G. Mellon[2] oder mit Bathophenanthrolin nach G. F. Smith, W. H. McCurdy jr. und H. Diehl[3] durchgeführt.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 1739—1740 (1959). The Proctor & Gamble Co., Cincinnati, Ohio (USA). — [2] Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **10**, 60 (1938); vgl. diese Z. **123**, 415 (1942). — [3] Analyst **77**, 418 (1952); vgl. diese Z. **139**, 234 (1953).

Margot Zimmermann

Bathophenanthrolin(4,7-Diphenyl-1,10-phenanthrolin) ist auch das Reagens zur spektrophometrischen Eisenbestimmung im Urin nach P. Collins *und* H. Diehl[1]. Der Fehler beträgt weniger als 0,2 μg Eisen/50 ml. — *Arbeitsweise.* 50 ml Urin werden mit 25 ml Salpetersäure und 10 ml Perchlorsäure am Rückfluß erhitzt, bis Perchlorsäuredämpfe aufsteigen und dann noch 10 min. Nach dem Abkühlen werden Kühler und Gefäßwandung mit Wasser abgespritzt. Man kocht die Lösung auf, überführt sie noch heiß in einen Scheidetrichter und setzt 2,0 ml 10%ige Hydroxylammoniumchloridlösung, 5,0 ml 0,001 m Bathophenanthrolinlösung (33,2 mg in 100 ml Äthanol) und tropfenweise Ammoniak zu, bis ein Stückchen Kongopapier gerötet wird. Der p_H-Wert wird endgültig durch 5,0 ml Acetatpuffer (2 m an Essigsäure und 2 m an Natriumacetat) eingestellt. Man läßt erkalten und schüttelt die Lösung 1 min mit 4,0 ml Nitrobenzol. Man trennt die Nitrobenzolschicht ab, extrahiert noch zweimal mit je 2 ml Nitrobenzol, füllt die vereinigten Extrakte mit Äthanol auf 10 ml auf und mißt die Extinktion bei 538 nm in 1 cm-Küvetten gegen ein Gemisch von Nitrobenzol-Äthanol (4:1). Die Extinktion der Reagentien (Blindwert) muß ebenfalls gemessen und abgezogen werden. Die Eisenwerte ermittelt man aus einer Eichkurve. Die Hydroxylammoniumchlorid- und die Pufferlösung müssen vor Gebrauch durch Zusatz von 10 ml Phenanthrolinlösung und Ausschütteln mit 15 ml Nitrobenzol von eventuell vorhandenem Eisen befreit werden.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 1692—1693 (1959). State Univ. Ames, Iowa (USA).

Ursula Baumann

Die chelatometrische Titration von Eisen(II) neben verschiedenen anderen Elementen untersuchen K. Körös und L. Barcza[1]. Sie geben folgende *Arbeitsvorschriften: A. Bestimmung von Eisen neben* F^-, PO_4^{3-} *und* $P_2O_7^{4-}$. Man entnimmt von der zu untersuchenden Lösung eine Probe mit bis zu 30 mg Fe. Falls ein Niederschlag vorhanden ist (Eisenphosphate), wird dieser zunächst mit etwas 2 m Salzsäure in Lösung gebracht. Dann gibt man 0,05—0,1 g Ascorbinsäure und etwas Methylthymolblau-Indicatorpulver (1:100 mit KNO_3 gemischt) hinzu und versetzt mit Natronlauge bis zur Violettfärbung. *Hierauf fügt* man tropfenweise 2 m Salzsäure zu, bis die Lösung wieder gelb wird und noch einige Tropfen im Überschuß. Die Lösung wird mit 10 ml 20%iger Hexamethylentetraminlösung versetzt, auf 60 bis 80 ml mit Wasser verdünnt, auf 80—90° C erhitzt und nach Zusatz von wenig Indicatorpulver mit 0,05 m ÄDTA-Lösung bis zum Umschlag von Blau nach Gelb titriert. — *B. Bestimmung von Eisen neben Aluminium.* Eine Probe mit bis zu 30 mg Fe wird mit 0,05—0,1 g Ascorbinsäure und 0,5—1,0 g NH_4F versetzt. Dann fügt man 10 ml Hexamethylentetraminlösung zu, verdünnt mit Wasser auf etwa 80 ml, erhitzt auf 80—90° C, gibt etwas Methylthymolblau-Indicatorpulver zu

und titriert mit ÄDTA-Lösung. — *C. Bestimmung von Eisen in Eisen-Aluminiumlegierungen.* Man löst 0,2—0,3 g Legierung in 5 ml 20%iger Salzsäure und füllt die Lösung in einem 100 ml-Meßkolben zur Marke auf. Dann entnimmt man einen aliquoten Teil (etwa 10 ml, aber mit nicht mehr als 20 mg Al) und führt die Bestimmung wie unter *B* aus. — *D. Bestimmung von Eisen neben Mangan oder Zink.* Die Probelösung mit bis zu 25 oder 30 mg Fe und 15—20 mg Mn oder Zn wird sorgfältig auf p_H 1,8—2,2 eingestellt (nicht über 2 falls Zink anwesend ist). Dann oxydiert man das Eisen mit 3%iger Wasserstoffperoxydlösung, verdünnt auf 60—80 ml, erhitzt auf 40—50° C, gibt etwas Sulfosalicylsäure (1:100 mit KNO_3 gemischt) als Indicator zu und titriert mit 0,05 m ÄDTA-Lösung von Rot auf Gelb. Hierauf wird die Lösung mit 0,05—0,1 g Ascorbinsäure und 1,0 ml (10 ml?) Hexamethylentetraminlösung versetzt, so daß ein p_H-Wert von 6,0—6,5 erhalten wird. Nach Zugabe von Methylthymolblau titriert man nun das Mangan oder Zink mit ÄDTA-Lösung bis zum Umschlag von Blau nach Gelb. — *E. Bestimmung von Eisen(II) und Eisen(III) nebeneinander.* Die Probelösung wird auf p_H 1,8—2,2 gebracht, mit ausgekochtem Wasser auf 50—60 ml verdünnt, mit einer 1 cm dicken Schicht Petroläther versehen und nach Zugabe von Sulfosalicylsäure in der Kälte mit ÄDTA-Lösung titriert. Die Lösung wird während der Titration gerührt. Dann gibt man 0,05—0,1 g Ascorbinsäure und 10 ml Hexamethylentetraminlösung (p_H 5,0—6,5) sowie Methylthymolblau zu und titriert das Eisen(II) mit ÄDTA-Lösung.

[1] Chemist-Analyst **48**, 69—73 (1959). Univ. Budapest (Ungarn).

Margot Zimmermann

0,05—0,08 mg Eisen(III) in 20 ml Lösung, die 5 ml 2 m Kaliumrhodanidlösung, 0,5 ml 1 n Salzsäure und 1 ml 1 n Citronensäurelösung enthalten, lassen sich nach M. Bobtelsky und A. I. Ben-Bassat[1] durch Titration mit 0,0025—0,0033 m *Nitronlösung* bestimmen. Das Maximum der optischen Dichte (Endpunkt) wird bei einem Molverhältnis von Eisen(III):Nitron = 1:6,6 erreicht. Diese Bestimmung wird nicht gestört durch die Anwensenheit von Ca^{2+}, Ba^{2+}, Mg^{2+}, Zn^{2+}, Cr^{3+}, Al^{3+}, Mn^{2+}, Cd^{2+}, Th^{4+}, Ce^{3+}, Ni^{2+}, Pb^{2+}, Cu^{2+}, Sb^{3+}, Mo^{6+}, V^{5+} und W^{6+} im großen Überschuß.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **21**, 411—415 (1959). Hebrew Univ., Jerusalem (Israel).

Klaus Brodersen

Kobalt. D. Monnier, W. Haerdi, J. Vogel und P. E. Wenger[1] beschreiben die *Bestimmung von Co-Spuren durch Extraktion mit Dithizon* in verschiedenen Lösungsmitteln. Sie extrahierten bis zu 10^{-9} g Kobalt in Gegenwart von Dithizon und Citratpuffer. Dieser Puffer verhindert die Ausfällung anderer Elemente und erleichtert bei einem p_H von 8—9 die Extraktion von Co-Spuren. Radioaktives ^{60}Co diente als Indicator für die Kobaltkonzentration in der jeweiligen Phase. Für die Extraktion von 0,5 μg Co aus seinen wäßrigen Lösungen durch Dithizon in Tetrachlorkohlenstoff ergibt sich als günstigste Konzentration eine Mindestkonzentration von 0,04% Dithizon (Bedingungen: wäßrige Lösung, 2 ml Co-Lösung enthaltend 0,5 μg Co; 3,5%ige Natriumcitratlösung; p_H 8; jeweils 2 ml CCl_4 für die Extraktion; 1 min Rühren; 2 min Absitzenlassen vor der Trennung der beiden Phasen). Bei viermaligem Ausschütteln werden unter diesen Bedingungen 91,0% des Kobalts extrahiert. Liegen nur 0,05 oder 0,005 μg Co vor, so sind die Extraktionsausbeuten kleiner (89% bzw. 82,5%). Das Gleichgewicht zwischen den beiden Phasen stellt sich in Tetrachlorkohlenstoff als Lösungsmittel erst nach 30 min Rühren ein (96% Extraktion), in Äther erfolgt dagegen schon nach 1 min Rühren eine 98%ige Extraktion. Für Tetrachlorkohlenstoff ist der Gleichgewichtszustand in Gegenwart von 1 m NaCl viel rascher erreicht als mit 0,15 m Natrium-

citrat, während beim Äther kein Unterschied in der Wirkung der beiden Zusätze besteht. Mit Dithizon in ätherischer Lösung werden 3,25—0,0002 μg Kobalt, gelöst in 2 ml Wasser, schon durch eine einzige Extraktion und einmaliges Auswaschen mit Äther quantitativ abgetrennt. Diese Extraktionsmethode ist also vorzuziehen (Bedingungen: wäßrige Lösung: 2 ml, 3,5%ige Citratlösung; p_H 8; organische Lösung: 2 ml Äther, der 0,05% Dithizon enthält; 1 min Rühren, 2 min Dekantieren, Waschen mit reinem Äther) (Fehler etwa 8%). Das Auswaschen mit Äther ist notwendig, um nichts von den an den Glaswänden haftenden Substanzmengen zu verlieren, die unter Umständen mit dem Äther sich verflüchtigen. Eine quantitative Wiedergewinnung des Kobalts aus der organischen Lösung ist besonders bei Mengen unterhalb 1 μg Co nur durch Zerstörung des Reagenses möglich: Man fügt 1 ml einer 0,1—1 m NaCl- oder KCl-Lösung (je nach der Co-Menge) zu der organischen Co-Lösung und versetzt sie nacheinander mit einem Gemisch aus 1 ml konz. Salpetersäure und 1 ml konz. Perchlorsäure, dann mit 1 ml konz. Salzsäure und endlich mit 2 ml Wasser und dampft jedesmal zur Trockne ein. Es bleibt ein farbloser Rückstand, dessen Co-Gehalt man dann colorimetrisch oder polarographisch bestimmt.

[1] Helv. chim. Acta **42**, 1846—1854 (1959). Univ. Genf (Schweiz).

Liselott Johannsen

Zur spektralphotometrischen Bestimmung von 0,4—3 ppm Palladium in Dimethylformamid und wäßriger Salzsäure als Lösungsmittel eignet sich nach Untersuchungen von G. H. Ayres und F. Janota[1] *Chinoxalin-2,3-dithiol* als Reagens. Man photometriert bei Anwesenheit eines Reagensüberschusses den 1:2-Komplex bei 548 nm. Bei Überschuß von Pd bildet sich ein gelber 1:1-Komplex mit einem Maximum bei 466 nm. Platin, Osmium, Nickel, Kobalt und Eisen(III) stören und müssen abgetrennt werden. Die Abtrennung des Osmiums gelingt als Osmiumtetroxyd, von Platin und Nickel läßt sich das Palladium durch Fällung mit Dimethylglyoxim in saurer Lösung entfernen, für die Abtrennung des Palladiums von großen Mengen Nickel, von Kobalt und von Eisen sind jedoch noch keine Methoden angegeben. — *Ausführung.* In einem 25 ml-Meßkolben verdünnt man die Probelösung mit Wasser auf 8 ml, setzt 1 ml 1 n Salzsäure, 10 ml Dimethylformamid und nach dem Abkühlen 2 ml 0,1%iger Reagenslösung zu, mischt, läßt 10 min stehen, füllt mit Dimethylformamid zur Marke auf und photometriert bei 548 nm gegen eine gleichbehandelte palladiumfreie Lösung.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 1985—1987 (1959). Univ. Austin, Texas (USA).

Klaus Brodersen

IV. Spezielle analytische Methoden

1. Analyse von Lebensmitteln

Flammenphotometrische Kalium- und Natriumbestimmung in Wein. In Ergänzung einer früheren Arbeit[1] schlagen W. Diemair und C. Gundermann[2] an Stelle der Verdünnung von 1:10 diejenige von 1:100 vor, damit noch besser reproduzierbare Werte erhalten werden. Zur Festlegung der Eichkurven werden als Höchstkonzentrationen für das Kalium 2,5 mg K, für das Natrium 1,0 mg Na/100 ml Wasser verwendet.

[1] Diemair, W., u. C. Gundermann: Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **109**, 469 (1959); vgl. diese Z. **172**, 440 (1960). — [2] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **111**, 120 (1959). Univ. Frankfurt/M.

Johanna Sepp

Eine einfache polarographische Methode zur Bleibestimmung in Traubenmost oder Wein geben E. Gilbert und H. Grohmann[1] an. Zur Beseitigung von Störungen durch dreiwertiges Eisen sowie Kupfer und Zink wird in Anlehnung an die Blauschönung in schwach saurer Lösung mit Kaliumhexacyanoferrat(II) versetzt. Blei wird dabei nicht mitgerissen. — *Arbeitsvorschrift.* 50 ml *Wein* oder *Most* werden in einer Platin- oder Quarzschale über einem Pilzbrenner unter Mitverwendung eines Infrarotstrahlers verkohlt und dann bei höchstens 500° C im Muffelofen verascht. Nach 1 Std wird die noch stark kohlehaltige Asche mit Wasser angefeuchtet, mit Glaspistill verrieben, getrocknet und wieder bei 500° C im Muffelofen behandelt. Man setzt diese Behandlung fort, bis eine kohlefreie Asche erhalten wird. Anschließend bringt man die Asche mit 3 ml bleifreier, 10%iger Salpetersäure in Lösung, bringt auf dem Wasserbad zur Trockne und behandelt nochmals bei 500° C. Dann nimmt man mit 2 ml 2 n Salzsäure auf und überführt in das Polarographiergefäß (5 ml-Meßzylinder, oberhalb der Skala erweitert). Man spült dreimal mit je 1 ml heißem, doppelt dest. Wasser nach, temperiert bei 20° C und füllt mit doppelt dest. Wasser auf 5 ml auf. Zur polarographischen Messung dient ein selbstschreibender Polarograph mit einer Empfindlichkeit von 1:20 und einer Tropfgeschwindigkeit von 1 Tr./2,6 sec. Als Grundlösung dient Lithiumchloridlösung, zur Unterdrückung des Maximums Gelatinelösung. Zur Aschelösung gibt man 1 ml 1 n Lithiumchloridlösung, 1 ml 0,1%ige Gelatinelösung und 1 ml 0,5%ige Kaliumhexacyanoferrat(II)-lösung. Vor der polarographischen Aufnahme läßt man 5 min lang Stickstoff oder Wasserstoff durchperlen. Die Reagentien werden polarographisch auf Bleifreiheit geprüft, wobei man an Stelle der Aschelösung 3,0 ml doppelt dest. Wasser und 2 ml 2 n Salzsäure verwendet. Eine dabei etwa auftretende Bleistufe ist bei der Untersuchung der Analysenlösung zu berücksichtigen. An Hand einer Eichkurve wird der Bleigehalt abgelesen. Die Stufenhöhe der Kurve wird folgendermaßen ermittelt: Grund- und Grenzstrom werden verlängert, durch die Mitte des ansteigenden Kurventeiles eine Tangente gelegt, der Schnittpunkt Tangente-Grundstrom horizontal verlängert und im rechten Winkel die Höhendifferenz zwischen Verlängerung und Schnittpunkt Tangente-Grenzstrom gemessen. Es können nach diesem Verfahren noch Bleigehalte bis zu 0,1 mg/l Blei ermittelt werden.

[1] Dtsch. Lebensmittel-Rdsch. **55**, 300—303 (1959). Chem. Untersuch.-Amt Speyer/Rh. L. Acker

Papierchromatographie auf dem Fettgebiet. H. P. Kaufmann und H. Kirschner[1] führen die papierchromatographische Trennung der Fettaldehyde nach Überführung in die 2,4-Dinitrophenylhydrazone durch. Die Wahl der stationären und mobilen Phase ist abhängig von der Kettenlänge und dem Grad der Ungesättigtheit. Es werden auf mit Benzin (150 -180° C) imprägniertem Papier Pyridin-Wasser (90:10), Dimethylformamid-Wasser (90:10) oder Dimethylformamid-Formamid (100:36), auf mit Undecan imprägniertem Papier reines Nitromethan, reines Acetonitril oder Dimethylformamid-Formamid (100:40) und auf mit Tetralin imprägniertem Papier Formamid-Dimethylformamid (90:20) als Laufmittel verwendet. Es haben sich die Papiere Schl. & Sch. 2043 b Mgl und 2040 b Mgl bewährt. Zur Auftrennung der kritischen Paare (die gleichen wie bei den Fettsäuren) wird an die ungesätt. Fettaldehydhydrazone Quecksilberacetat angelagert. Zum Nachweis der Fettaldehydhydrazone auf den Chromatogrammen beschreiben Verff. ein Lichtpausverfahren. Dabei wird das getrocknete Chromatogramm auf handelsüblichem Lichtpauspapier zwischen 2 Glasplatten ins Sonnenlicht oder diffuse Tageslicht oder unter eine UV-Lampe gelegt. Man belichtet 1—5 min. Der belichtete Streifen wird in eine Ammoniakatmosphäre gehängt,

wobei dunkelrote Diazofarbstofflecken entstehen. — Zur quantitativen Trennung gesätt. Fettaldehyde wurde ein zweites Verfahren ausgearbeitet, das in einer Kombination von Säulen- und Papierchromatographie besteht. Die säulenchromatographische Trennung der C_{18}-*Fettaldehyde*, und zwar die der *Stearyl-*, *Oleyl-*, *Linol-* und *Linolenaldehydhydrazone* gelingt mit Hilfe des von P. J. G. Kramer und H. van Duin[2] angegebenen Verteilungssystems Nitromethan/Petroläther an einer Silicagel-Säule. Die Ausbildung der Zonen ist infolge der Eigenfarbe gut erkennbar und läßt sich bei kleinen Mengen auch mit Hilfe einer UV-Lampe deutlich machen. Die Bestimmung der Fettaldehydhydrazone wurde für Substanzmengen über 50 μg Fettaldehydhydrazon spektralphotometrisch in Chloroform durchgeführt. Die quantitative Bestimmung der papierchromatographisch getrennten kleinen Substanz-Mengen erfolgt polarographisch.

[1] Fette u. Seifen **61**, 750—759 (1959). Inst. Fettforsch. Münster, Westfalen. — [2] Recueil Trav. chim. Pays-Bas **73**, 63 (1954); vgl. diese Z. **146**, 54 (1955).

Johanna Sepp

Eine neue semimikro-komplexometrische Methode zur Bestimmung von Propylgallat in Fetten nach B. A. J. Sedláček[1] beruht auf der bekannten Tatsache, daß Gallussäure und ihre Ester mit einigen Schwermetallkationen in Wasser unlösliche Verbindungen liefern. Aus der komplexometrischen Bestimmung des Gehaltes an Schwermetallkationen im Niederschlag kann man den Gehalt an Propylgallat in der Probe berechnen. Von den geprüften Metallen hat sich Quecksilber(II) als am geeignetsten erwiesen. — *Arbeitsweise.* (Die Extraktionsmethode wurde für *Schweinefett* ausgearbeitet, kann aber auch für andere Fette benutzt werden.) 25 g geschmolzenes Schweinefett werden in 150 ml gereinigtem Petroläther gelöst und quantitativ in einen birnenförmigen Scheidetrichter von 500 ml übergeführt. Aus dieser Lösung wird das Propylgallat mit 20 ml Wasser (50° C) innerhalb von 2 min extrahiert. Die wäßrige Lösung wird über einen Trichter mit kleinem Faltenfilter in einen 500 ml-Erlenmeyer-Kolben mit Schliff abgelassen. Diese Extraktion wird fünfmal wiederholt und die gewonnenen Extrakte werden zur weiteren Bestimmung benutzt. Man versetzt mit 2 ml 10%iger Quecksilber(II)-acetat- und 0,5 ml 10%iger Natriumacetatlösung und kocht am Rückflußkühler 10 min. Nach dem Erkalten wird der Niederschlag abfiltriert und mit warmem Wasser ausgewaschen. Die Abwesenheit von Hg-Salzen in der Waschflüssigkeit muß mit 1%iger alkoholischer Lösung von Diphenylcarbazid nachgewiesen werden. Der Niederschlag wird auf dem Filter mit 10 ml 1%iger Salzsäure gelöst und mit 100 ml redest. Wasser in den Titrierkolben übergeführt. Nach Zugabe von 25—50 ml 0,005 m ÄDTA-Lösung (je nach dem zu erwartenden Gehalt von Propylgallat) wird mit 1%iger Natronlauge neutralisiert. Dann werden 2 ml Pufferlösung (5,4 g NH_4Cl + 35 ml konz. Ammoniak + Wasser auf 100 ml) und eine kleine Menge Eriochromschwarz T (1:100 im Gemisch mit NaCl) zugesetzt und der Überschuß an ÄDTA mit 0,005 m $ZnSO_4$-Lösung zurücktitriert (weinrote Färbung). Gleichzeitig wird eine Blindprobe durchgeführt, indem zu 100 ml redest. Wasser gleiche Mengen von allen Lösungen zugesetzt werden und dieses Gemisch mit 0,005 m $ZnSO_4$-Lösung titriert wird. Aus der Differenz des Verbrauches beider Bestimmungen kann man den wirklichen Verbrauch an 0,005 m ÄDTA-Lösung berechnen. Die Ergebnisse werden unter Benutzung eines empirischen Umrechnungsfaktors berechnet. (1 ml 0,005 m ÄDTA-Lösung = 0,445 mg Propylgallat). Der günstigste Gehalt der Probe an Propylgallat liegt bei 0,5—7,0 mg. Das beschriebene Verfahren ist genauer als andere Methoden; der mittlere Fehler beträgt 2,4%.

[1] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **111**, 108—111 (1959). Inst. Ernährungsforsch. Prag-Krč (ČSR). Johanna Sepp

Die papierchromatographische Trennung der Glyceride des Sojaöls gelingt nach H. P. KAUFMANN und H. SCHNURBUSCH[1] mit Paraffinöl bzw. Siliconöl als stationäre Phase und Aceton-Acetonitril-Gemischen als Fließmittel in aufsteigender Arbeitsweise. — *Ausführung.* Zur Trennung der Glyceride mit Paraffinöl als stationärer Phase werden 60 μg einer 4%igen benzolischen Lösung von Sojaöl, die nach einem bereits früher beschriebenen Verfahren[2] durch Behandlung mit Aluminiumoxyd nach BROCKMANN gereinigt worden ist, auf einen mit Paraffinöl imprägnierten Filterpapierstreifen (Schl. & Sch. 2040 bm, 7,5 × 29 cm) aufgebracht. Das Filterpapier wird zur Imprägnierung mit einer 10%igen Lösung von Paraffinöl in absolutem Petroläther (60°—90° C) getränkt und 10 min zwischen frischen Filterpapierbogen (Schl. & Sch. 598) abgepreßt. Auf diese Weise wird ein Imprägnierungsgrad von 0,1 erzielt, der zur Trennung von Glyceriden ausreicht. Nach dem Auftropfen läßt man das Chromatogramm 30 min an der Luft liegen und trennt anschließend bei 21° C unter Verwendung von Aceton-Acetonitril (3:1) als beweglicher Phase über eine Laufzeit von 5 Std (es wird eine Steighöhe von etwa 25 cm erreicht). Das Chromatogramm wird dann 15 min bei 80° C getrocknet und zur Anfärbung der ungesätt. Glyceride 1 Std im Exsiccator einer Joddampf-Atmosphäre ausgesetzt. Man erhält 5 verschiedene Glyceridflecken, die als *Dilinolo-linolenin* (R_f-Wert 0,72), ein Gemisch von *Trilinolin* und einem *Oleo-linolo-linolenin* (0,60), ein *Dilinolo-olein* (0,47), ein *Dioleo-linolin* (0,34) und ein *Triolein* (0,25) identifiziert werden konnten. — Bei der Trennung der Glyceride mit Siliconöl als stationärer Phase [sie wird unter Verwendung von Aceton-Acetonitril (1:4) als beweglicher Phase durchgeführt und kommt dann in Frage, wenn die getrennten Glyceride auf dem Papier verseift werden sollen] steigt die trennbare Glyceridmenge auf etwa 100 μg und es werden höhere R_f-Werte erhalten. Das Filterpapier wird mit einer 10%igen Lösung von Siliconöl in absolutem Petroläther (60—90° C) in der oben angegebenen Weise imprägniert. Die mit Hilfe von Siliconöl als Imprägnierungsmittel hergestellten Chromatogramme können zur quantitativen Bestimmung der getrennten Glyceride verwendet werden. Man besprüht das Chromatogramm gleichmäßig mit 10%iger wäßriger Kalilauge und erwärmt 3—4 Std auf 90° C zwischen 2 Glasplatten. Dabei tritt eine vollständige Verseifung der Glyceride ein, ohne daß das Papier zerstört wird (es muß jedoch darauf geachtet werden, daß das Papier ständig feucht bleibt). Anschließend werden die Chromatogramme 15 min mit 2 n Salzsäure bei Zimmertemperatur behandelt und der Säureüberschuß weitere 15 min in fließendem Wasser ausgewaschen. Die erhaltenen Fettsäuren können nun mit Kupferacetat/Kaliumhexacyanoferrat(II) angefärbt und zur quantitativen Bestimmung der Glyceride nach A. SEHER photometriert werden.

[1] Fette u. Seifen **61**, 523—528 (1959). Univ. u. Inst. für Fettforschung, Münster (Westf.). — [2] KAUFMANN, H. P., u. O. SCHMIDT: Fette u. Seifen **47**, 294 (1940).

K. MACHNER

Ein Verfahren zur chromatographischen Trennung und Bestimmung freier C_2—C_{22}-Fettsäuren in Milcherzeugnissen aus einer Einwaage wird von V. PALO[1] beschrieben. Es wird eine Kombination von Säulen- und Papierchromatographie angewendet. Das Verfahren hat sich bei der *Bestimmung der Fettsäuren* bewährt, die während des *Reifens verschiedener Käsesorten* entstehen. — *Bestimmung der C_2-C_5-Fettsäuren.* Die Probe wird ohne jede Vorbereitung in dem gegebenen Zustand auf die Säule aufgebracht. Träger ist Kieselsäure, die nach H. J. NIJKAMP[2] aus Wasserglas bereitet, bei 105° C zur Gewichtskonstanz getrocknet und über konz. Schwefelsäure aufbewahrt wird. Als mobile Phase dient Chloroform mit n-Butanol. Die Säule (2 cm ⌀) ist 60 cm lang und so eingerichtet, daß unter Stickstoffdruck chromatographiert werden kann. Die 5 ml-Eluatfraktionen titriert man bis zur hellblauen Färbung von Bromthymolblau mit 0,01 n alkoholischer Kalilauge. Die

0,4%ige alkoholische Indicatorlösung neutralisiert man vorher mit 0,01 n Kalilauge (Grünfärbung). Höhere als C_4-Fettsäuren werden gemeinsam aufgefangen, sobald Buttersäure im Eluat nachweislich aufzutreten beginnt (gewöhnlich bei etwa der 45. Fraktion). Die graphische Darstellung der Ergebnisse erfolgt in üblicher Weise. — *Bestimmung der C_6-C_{10}-Fettsäuren.* Die gemeinsam aufgefangenen Fettsäuren mit mehr als 4 C-Atomen neutralisiert man mit 0,01 n alkoholischer Kalilauge. Die Seifenlösung überträgt man unter Nachwaschen mit warmem Wasser in einen Scheidetrichter, läßt die wäßrige Schicht absetzen und bringt sie in eine 200 ml-Abdampfschale, die an der tiefsten Stelle eine Ausbuchtung von 2 cm ⌀ und einem Volumen von 2—3 ml besitzt. Die Lösung dampft man im warmen Luftstrom (50° C) zur Trockne ein. Die sich an der Wandung abscheidende, eingetrocknete Seife spült man unterdessen ständig mit warmem Wasser in die Ausbuchtung, wo sie schließlich zur Trockne gebracht wird. Nach dem Abkühlen fügt man 0,1 g entwässertes Kaliumhydrogensulfat zu. Die freigesetzten Fettsäuren löst man in möglichst wenig Isooctan (etwa 0,2 ml) und überträgt die Lösung durch 5—10maliges Absaugen mit einer Capillare, die am breiteren Ende mit entfetteter Watte verschlossen ist, in ein kalibriertes Reagensglas. Das Isooctan muß völlig farblos aus dem Heber auslaufen. 0,1 ml der 1—2 ml Isooctan-Fettsäurelösung titriert man mit 0,01 n Kalilauge gegen Bromthymolblau und berechnet den Verbrauch auf C_{10}-Fettsäure. Zur Analyse entnimmt man eine Menge Lösung, die 0,1 mÄqu. C_{10}-Fettsäure nicht übersteigt. Zur Auftrennung in die einzelnen Fettsäuren und zu ihrer Bestimmung verfährt man nach Nijkamp[2] und verwendet die schon beschriebene Kieselsäuresäule. Die Chromatographie erfolgt unter Stickstoffdruck. Die einzelnen Zonen der abgetrennten Säuren überträgt man in Meßreagensgläser und titriert mit 0,01 n alkoholischer Kalilauge. Den Verbrauch rechnet man auf die Gesamtlösung der Fettsäuren in Isooctan um und bezieht das Ergebnis auf die Einwaage des untersuchten Käses. Ein Blindversuch mit dem benutzten Isooctan wird parallel durchgeführt. — *Bestimmung der C_{12}-C_{22}-Fettsäuren.* Die bei der Trennung der C_6- und C_{10}-Fettsäuren die Säulen zuerst verlassenden höheren Fettsäuren werden im Meßzylinder aufgefangen, 0,1 ml davon wird mit 0,01 n Kalilauge gegen Bromthymolblau unter Berücksichtigung eines Blindversuches mit Isooctan titriert und auf C_{22}-Säure umgerechnet. Einen weiteren Teil der Lösung unterwirft man der Chromatographie auf mit Paraffinöl imprägniertem Whatman-Papier Nr. 4. Man trägt etwa 100 bis 200 μg Fettsäuren entsprechende Probemengen auf. Zur Entwicklung benutzt man Essigsäure, deren Konzentration von 50—99,9% gesteigert wird. Man verfährt im übrigen wie bereits früher beschrieben[3]. Die quantitative Auswertung kann photometrisch erfolgen, indem man die mittels Kupferacetat und Kaliumhexacyanoferrat(II) erhaltenen dunkelroten Flecken durch ein Grünfilter (Zeiss GR-2) auf einem Kinofilm geringer Empfindlichkeit photographiert und das Negativ photometriert[4].

[1] Chem. Zvesti **13**, 602—609 (1959) [Slowakisch]. (Mit russ. u. dtsch. Zus.fass.) Techn. Hochsch. Bratislava (ČSR). — [2] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **5**, 325 (1951); vgl. diese Z. **135**, 125 (1952). — [3] Koman, V., u. V. Palo: Chem. Zvesti **12**, 513 (1958); Palo, V., V. Koman u. Z. Hrabě: Chem. Zvesti **12**, 525 (1958); vgl. diese Z. **169**, 453 (1959). — [4] Vgl. Palo, V., u. A. Aufrichtová: Chem. Zvesti **13**, 295 (1959).

H. Freytag

Mit der Bestimmung von Abbauprodukten der Ascorbinsäure, insbesondere der L-Gulonsäure, in Milch haben sich J. Tobias und E. O. Herreid[1] beschäftigt. Sie stützen sich im wesentlichen auf die Arbeitsweise von J. H. Roe, M. B. Mills, M. J. Oesterling und C. M. Damron[2], die sie etwas modifiziert haben. — *Arbeitsvorschrift.* 15 ml einer 4%igen Lösung von Trichloressigsäure werden in einem

Zentrifugenglas (50 ml) mit 5 ml Milch vermischt (Doppelbestimmungen). Nach Zentrifugieren wird die überstehende Flüssigkeit in ein Becherglas, das 0,75 g Norit enthält, übergeführt (die Behandlung mit Norit dient einmal der Entfernung störender Stoffe, dann aber auch der Oxydation von Ascorbinsäure zu Dehydroascorbinsäure). Nach gutem Durchmischen wird filtriert. 10 ml des klaren Filtrats werden in ein Reagensglas übergeführt, das 0,1000 g Thioharnstoff enthält. Zur *Bestimmung von Gesamtascorbinsäure + Gulonsäure* werden 4 ml dieser Lösung in einem Evelyn-Rohr mit 1 ml einer 2%igen Lösung von 2,4-Dinitrophenylhydrazin in 9 n Schwefelsäure versetzt. Man läßt 3 Std bei 37° C stehen und kühlt dann in Eiswasser. Darauf fügt man 5 ml 85%ige Schwefelsäure tropfenweise unter Kühlen in Eiswasser zu und durchmischt. Nach 30 min Stehen bei Zimmertemperatur wird die Extinktion bei 540 nm gemessen. — Für die *Bestimmung der Gulonsäure allein* werden 10 ml der Thioharnstoff enthaltenden Lösung in ein großes Reagensglas gebracht. Man leitet 15 min H_2S durch und vertreibt dann das verbliebene H_2S durch 5 min Einleiten von CO_2. 4 ml dieser Lösung werden in ein Evelyn-Rohr übergeführt, und dann verfährt man wie angegeben. Für die Blindprobe werden 4 ml des thioharnstoffhaltigen Serums mit 5 ml 85%iger Schwefelsäure unter Kühlung in Eiswasser und dann mit 1 ml der 2,4-Dinitrophenylhydrazinlösung versetzt und schließlich in der gleichen Weise wie die anderen Proben behandelt. Eine Eichkurve wird aufgestellt mit Lösungen von Ascorbinsäure mit Mengen von 0,1—2,5 mg/100 ml in 4%iger Trichloressigsäure. Bezüglich weiterer Einzelheiten verweisen die Verf. auf J. H. Roe[3] sowie J. H. Roe und Kuether[4]. Während J. H. Roe u. Mitarb.[2] für die Einwirkung von Dinitrophenylhydrazin 6 Std vorgesehen hatten, begnügen sich die Verff. jetzt mit 3 Std aus Zeitgründen und nehmen eine unvollständige Umsetzung in Kauf. Zwischen den nach 6 Std und den nach 3 Std erhaltenen Werten besteht die Beziehung $G_6 = 0{,}878\, G_3$.

[1] J. Dairy Sci. **42**, 428—440 (1959). Univ. Urbana, Ill. (USA). — [2] J. biol. Chemistry **174**, 201 (1948); vgl. diese Z. **158**, 463 (1957). — [3] Glick, D.: Methods of Biochemical Analysis. Vol. I. 1954. — [4] J. biol. Chemistry **147**, 399 (1943); vgl. diese Z. **140**, 400 (1953). L. Acker

Vitamine. *Verbesserungen beim Agar-Platten-Test zur Bestimmung von Thiaminfaktoren mit Hilfe von Lactobacillus fermenti 36* gibt Z. G. Bánhidi[1] an. Da er fand, daß einige Unstimmigkeiten in den Ergebnissen mit der Zusammensetzung der Nährlösung zusammenhingen, werden als Ergänzung der früher[2] beschriebenen Zusammensetzung folgende Substanzen vorgeschlagen: Tryptophan, Cystein, Ascorbinsäure, Panthetin, Tween 80 (Polyoxyäthylensorbitan-monooleat). Das alkalibehandelte Pepton entfällt, dafür wird der Anteil an vitaminfreiem Casein erhöht. — Da in diesem Test auch Thiazol das Wachstum fördert, wird eine papierchromatographische Abtrennung von Thiamin empfohlen.

[1] Analyst **84**, 657—659 (1959). Wenner-Gren Inst. Exp. Biol., Univ. Stockholm (Schweden). — [2] Bánhidi, Z. G.: Acta chem. scand. (Kopenhagen) **12**, 517 (1958). L. Acker

Die Bestimmung des phosphorylierten Thiamins auf nichtenzymatischem Wege mittels Polarographie hat R. Pleticha[1] studiert. Zur Freilegung des Thiamins aus dem Eiweißkomplex verzichtet Verf. auf enzymatische Spaltung und wendet saure Hydrolyse an. Dabei erfährt allerdings Thiamin eine Desaminierung. Der Abbau zu Chlorhydroxythiamin stört jedoch nicht die polarographische Bestimmung, da diese im alkalischen Medium ausgeführt wird und auf der Reaktionsaktivität der SH-Gruppe der Thiolform beruht. Auch die Verwendung von Phosphatasen ist überflüssig, da bei der Säurebehandlung die Phosphorsäureester bis zum stabilen Thiaminmonophosphat gespalten werden. In alkalischem Milieu liefert diese Verbindung

ebenfalls eine Thiolform, die sich bei der polarographischen Bestimmung wie die Thiolform des freien und desaminierten Thiamins verhält. Da sich die verschiedenen Thiaminverbindungen auch an Dekalso- und Fuller-Erde adsorbieren lassen, stehen der Anreicherung dieser Verbindungen keine Hindernisse entgegen.

[1] Pharmazie **14**, 565—571 (1959). Tschechoslov. Akad. Wiss. (ČSR).

L. Acker

Die polarographische Bestimmung von Kobalt, Vitamin B_2 und Vitamin C in Tabletten und Ampullen beschreiben M. Sterescu, S. Arizan und M. Popa[1]. Die Kobaltbestimmung beruht auf der kathodischen Reduktion des Hexaminkobalt(III)-ions, das vorher durch Oxydation der ammoniakalischen Kobalt(II)-lösung mit Perborat erzeugt worden ist. Vitamin B_2 wird in 10%iger Natriumsalicylatlösung, Vitamin C in Acetatpuffer p_H 4,6 bestimmt. Die Analysenfehler betragen $\pm 2\%$. Die in den pharmazeutischen Zubereitungen enthaltenen Begleitstoffe (Lactose, Magnesiumoxyd, verschiedene Stabilisatoren) stören nicht. — *Ausführung. Bestimmung von Kobalt und Vitamin B_2 in Tabletten.* Zur Kobaltbestimmung spült man eine 0,036 g $CoCl_2$ entsprechende Menge der fein zerriebenen Tabletten mit 25 ml Wasser in einem 250 ml-Erlenmeyer-Kolben. In einen anderen Kolben kommen 25 ml $CoCl_2$-Standardlösung (0,144 g $CoCl_2$/100 ml). Jeder Lösung setzt man 10 ml 1 m NH_4Cl-Lösung, 40 ml 6,25 m Ammoniaklösung und 1 g Natriumperborat zu und beläßt 10 min auf dem kochenden Wasserbad. Nach dem Abkühlen bringt man in 100 ml-Meßkolben, versetzt mit 2 ml 1%iger Gelatinelösung und füllt mit Wasser zur Marke auf. Je 5 ml dieser Lösungen macht man im Polarographiegefäß luftfrei, polarographiert von −0,2 V an und vergleicht die Stufenhöhen. — Zur Vitamin B_2-Bestimmung löst man das Pulver von 10 Tabletten in 5%iger Natriumsalicylatlösung, füllt mit dieser Lösung zur 100 ml-Marke auf, entnimmt 5 ml, macht luftfrei und polarographiert von 0 V an. Eine Vitamin B_2-Standardlösung (20 mg Vitamin B_2 in 5%iger Natriumsalicylatlösung zu 100 ml gelöst) wird gleichartig behandelt. — *Bestimmung von Kobalt und Vitamin C in Ampullen.* Die Kobaltbestimmung in 3,3 ml der Injektionslösung (0,036 g $CoCl_2$) erfolgt wie oben beschrieben. — Zur Bestimmung von Vitamin C verdünnt man 0,4 ml Injektionslösung mit Pufferlösung (Gemisch gleicher Vitamine 1 n Essigsäure und 1 n Natronlauge) auf 50 ml. Eine Abnahme von 1 ml dieser Lösung wird in ein Polarographiergefäß gebracht, auf dessen Boden sich eine Schicht Quecksilber befindet. Man fügt 3 ml Pufferlösung und 1—2 Tr. 0,5%iger Gelatinelösung in 10%iger Na_2SO_4-Lösung zu und polarographiert von 0 V an. Die Vergleichslösung enthält 0,04 g Vitamin C in 50 ml.

[1] Rev. Chim. (Bucarest) **10**, 109—111 (1959) [Rumänisch]. (Mit engl. Zus.fass.)

A. Kurtenacker

Über die Chromatographie von Pteroylglutaminsäure und verwandten Verbindungen an Ionenaustauschern berichten M. R. Heinrich, V. C. Dewey und G. W. Kidder[1]. Verff. prüfen Dowex-1, -2 und -50 und finden, daß sich Dowex-1-X4 in der Chloridform am besten für diese Zwecke eignet. Man eluiert am besten mit verd. Salzsäure oder Natriumchloridlösung z. B. bei Leucovorin, das leicht von Säure zerstört wird. Liegt das Harz in der Formiatform vor und eluiert man mit Ameisensäure, so wird Pteroylglutaminsäure zu N^{10}-Formylpteroylglutaminsäure formyliert. Bei Elution mit verd. Salzsäure verbessert Äthanolzusatz bis zu 20% die Ergebnisse mitunter, vor allem, wenn die Substrate in der Salzsäure schwer löslich sind. Gradientenelution bringt keine Vorteile. Rohextrakte kann man nicht verwenden, Nucleotide, Aminosäuren und andere Verbindungen müssen durch eine Vorreinigung erst entfernt werden. Folgende Verbindungen wurden untersucht: *Biopterin,*

Leucopterin, Xanthopterin, Pteroylglutaminsäure, Leucovorin, N^{10}-Formylpteroylglutaminsäure, Aminopterin, Amethopterin (4-Amino-N^{10}-methylpteroylglutaminsäure), Methopterin.

[1] J. Chromatogr. (Amsterdam) **2**, 296—303 (1959). Amherst College, Mass. (USA).
E. Müller, Würzburg

Zur Bestimmung von Vitamin B_{12} in Ampullen und konzentrierten Extrakten wenden M. Giurgea, M. Terescu, S. Haragra und V. Tropa[1] ein spektrophotometrisches Verfahren an. In *Injektionslösungen* werden zur Prüfung der Reinheit die Extinktionen E_1 (278 ± 1 nm), E_2 (361 ± 1 nm), E_3 (550 ± 2 nm) gemessen. Wenn $1{,}62 < E_2/E_1 < 1{,}88$ und $2{,}83 < E_2/E_3 < 3{,}45$, dann ist die geforderte Reinheit erreicht. Zur Bestimmung dient die Formel $C = 10000\, E_2 \cdot 100/207 \cdot W\,(100 - c)$. Dabei ist C = Reinheit der Probe in Prozent, E_2 = Extinktion bei 361 ± 1 nm bei der Schichtdicke von 1 cm und einer Konzentration von etwa 4 mg/10 ml, W = Gewicht der Probe in Milligramm/10 ml, c = Gewichtsverlust beim Trocknen bei 105° C. Bei injizierbaren Lösungen errechnet man die Konzentration in Mikrogramm/ml zu $10000 \cdot E_2 \cdot D/207$; ($D$ = Verdünnungsfaktor). — *In Gegenwart von Nipagin* (p-Hydroxybenzoesäureester) wird eine Verschleierung der Extinktion bei 320 nm beobachtet, so daß das Absorptionsmaximum bei 278 nm nicht exakt bestimmt werden kann, jedoch wird das Maximum bei 361 nm dadurch nicht gestört. Für *Leberextrakte des Handels* mit einem Gehalt von etwa 10 µg/ml eignet sich zur Bestimmung nur das Spektralgebiet zwischen 510 und 540 nm, in dem die Verunreinigungen praktisch nicht absorbieren. Man mißt in diesem Spektralbereich die Extinktion einer Vergleichslösung aus reinem B_{12} und der Lösung des Extraktes und berechnet dann nach folgender Formel: $\log E' - \log E = \log [c' \cdot d'/c \cdot d]$; c' = Konzentration von Vitamin B_{12} im Leberextrakt, c — diejenige der Vergleichsprobe, d' = Schichtdicke in der Lösung des Leberextraktes und d = Schichtdicke der Vergleichsprobe, E' = Extinktion des Leberextraktes und E = Extinktion der Vergleichsprobe. Die Größe $\log E' - \log E$ wird so bestimmt, daß man im Spektralbereich 510—540 nm das Mittel zwischen den Differenzen der Ordinate der beiden Absorptionskurven errechnet. Die nach diesem Verfahren erhaltenen Ergebnisse zeigten gute Übereinstimmung mit der mikrobiologischen Methode.

[1] Pharmazie **14**, 394—396 (1959). Physikal. Inst., Akad. Volksrepublik Rumänien, Bukarest. L. Acker

C. Russu und I. Calafeteanu[1] haben verschiedene Methoden zur Bestimmung von *Vitamin C* vergleichend geprüft. Das in den meisten Pharmacopöen empfohlene *jodometrische Verfahren* gibt in reinen Vitamin C-Lösungen sehr genaue Resultate (mittlerer Fehler ± 0,44%), ist aber für pharmazeutische Präparate nicht anwendbar. Mit der *photometrischen Methode mit $FeCl_3$ und α,α'-Dipyridyl* ergeben sich keine reproduzierbaren Resultate. Das *photometrische Verfahren mit 2,6-Dichlorphenolindophenol* wird ausgeführt, indem man die Vitamin C-Lösung (0,05—0,2 mg Vitamin C) mit Salzsäure (1:400) auf 10 ml verdünnt, mit 2 ml Pufferlösung (25 g Na-Acetat + 50 ml Eisessig mit Wasser auf 100 ml) und 5 ml 0,05%iger wäßriger 2,6-Dichlorphenolindophenollösung versetzt, 15 sec schüttelt, dann mit 15 ml Xylol versetzt und wieder 15 sec schüttelt. Die Xylolschicht wird durch Watte filtriert und unmittelbar darauf bei 530 nm gegen Wasser photometriert. Der mittlere Fehler beträgt ± 2,66%. Die Versuchsbedingungen müssen sehr genau eingehalten werden. Für pharmazeutische Zubereitungen ist das Verfahren ungeeignet. — *Die polarographische Methode* ist die einzige, die Vitamin C in reinen Lösungen und auch in Vitamin C-haltigen Präparaten (Vitamin C-Tabletten,

Ascorutintabletten, Fertonindragees, Polyvitamindragees usw.) spezifisch zu bestimmen gestattet. Man stellt eine 0,1%ige Lösung der zu untersuchenden Probe (0,005 bis 0,25 mg Vitamin C) in Günthersher Mischung (1 Teil 2%ige Oxalsäurelösung + 4 Teile eines Lösungsgemisches von gleichen Teilen 1 m Essigsäure und 1 m Natriumacetatlösung) her, versetzt 5 ml dieser Lösung mit 1 Tr. 2%iger Gelatinelösung, leitet 5 min lang Stickstoff durch und polarographiert von 0—0,4 V. Die Eichkurve wird mit 0,1%iger Lösung von reinem Vitamin C gewonnen. Die Standardabweichungen betragen bei den verschiedenen Präparaten ± 2,2—3,4%.

[1] Farmacia (Bucureşti) **7**, 465—472 (1959) [Rumänisch]. (Mit russ., dtsch., engl. u. franz. Zus.fass.) Inst. f. pharmaz. Unters. u. Arzneimittelkontrolle (Rumänien).
A. Kurtenacker

Die Stabilisierung von Ascorbinsäure in Extrakten aus pflanzlichem Material hat H. T. Freebairn[1] studiert. Er fand, daß Zugabe von Äthylendinitrilotetraessigsäure (ÄDTE) zum Extraktionsmittel die Stabilität der Ascorbinsäure wesentlich erhöht. Dabei erwies sich als besonders günstig eine Lösung von 0,3% Trichloressigsäure in 0,0025 m ÄDTE-Lösung, während die entsprechende Mischung mit Metaphosphorsäure sich nicht ganz so günstig verhielt. Für die Chelatwirkung von ÄDTE mit Kupfer (auf der die stabilisierende Wirkung beruht) ist der p_H-Wert entscheidend. Bei p_H 3,5 ist die Chelatbildung 100%ig, bei p_H 2 erfolgt sie nur zu 50%. Wenn man das Filtrieren durch Zentrifugieren ersetzt und die Temperatur herabsetzt, lassen sich die Verluste noch weiter verringern.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 1850—1851 (1959). Citrus Exp. Station, Univ. Riverside, Calif. (USA).
L. Acker

Bei der quantitativen Bestimmung von Mannan in Kaffeeaufgüssen und Extrakten nach H. Thaler[1] werden die Röststoffe durch Behandlung mit Chlordioxyd zerstört, und das Mannan selbst wird durch Fehlingsche Lösung ausgefällt. Die erhaltenen Werte sind gut reproduzierbar; die Genauigkeit beträgt ± 2,5%. — *Arbeitsvorschrift.* Etwa 5 g Kaffee-Extrakt werden nach dem Wägen in etwa 30 ml kochendem Wasser gelöst. Man überführt in einen 100 ml-Meßkolben, füllt auf und filtriert zweimal durch ein Faltenfilter Schl. & Sch. 560. Je 40 ml des Filtrats werden in zwei Zentrifugenröhrchen (100 ml) mit 0,6 ml Eisessig und 2,5 ml 40%iger Natriumchloritlösung versetzt (40,0 g techn. Natriumchlorit [80%] zu 100 ml lösen, filtrieren und in Polyäthylenflasche aufbewahren) und abgedeckt (nicht mit Stopfen verschließen) bei 70—75° C stehengelassen. Nach 30 min gibt man nochmals 0,5 ml Eisessig und 2 ml Natriumchloritlösung zu und setzt nach Umschütteln wieder ins Wasserbad. Nach weiteren 60 min wiederholt man diese Behandlung. 90 min nach der letzten Zugabe werden die Röhrchen vor direktem Licht geschützt in kaltes Wasser gestellt. Nach Abkühlen versetzt man mit 3 ml einer 50%igen Natriumpyrosulfitlösung, 15 ml 75%iger Kalilauge und schließlich 20 ml Fehlingscher Lösung (10 ml Fehling I + 10 ml Fehling II), rührt mit einem dünnen Glasstab um und spült dann den Stab mit einigen Tropfen einer etwa 15%igen Kalilauge ab. Man stellt 15—20 min in kaltes Wasser, anschließend in den Kühlschrank. Nach 4—5 Std wird erneut umgerührt und in der gleichen Weise abgespült. Man läßt über Nacht im Kühlschrank stehen und zentrifugiert dann 30 min bei 2500 U/min. Man gießt die überstehende Flüssigkeit ab, verrührt kräftig mit einem Rührer mit etwa 40 ml einer 4%igen Kalilauge. Man zentrifugiert 15 min lang und wiederholt das Auswaschen mit 4%iger Kalilauge noch zweimal. Den Kupfer-Mannankomplex bringt man dann mit 1 ml Eisessig in Lösung. Bei etwaiger Anwesenheit von Kupfer(I)-oxyd löst man dieses mit etwas Perhydrol. Durch Zugabe von 85 ml Methanol fällt man das Mannan aus, rührt um, wiederholt das Umrühren nach 3—5 Std und läßt dann über Nacht absitzen. Nach Abgießen der überstehenden

Flüssigkeit wird der Niederschlag mit Hilfe einer Mischung von 100 ml Methanol und 5 ml Eisessig auf einem Glasfiltertiegel G 4 gesammelt und mit dieser Lösung auch ausgewaschen. Zum Schluß wird mit Methanol allein nachgewaschen. Man trocknet bei 130° C bis zur Gewichtskonstanz. Man überführt das Mannan in ein Glühschälchen und glüht bei 800° C. — Berechnung: Prozent Mannan = $(a - b) \cdot 2{,}5 \cdot 100/e$, wo e = Einwaage, a = Gewicht des Niederschlags, b = Gewicht der Asche. — Bei *Kaffee-Aufgüssen* soll der Extraktgehalt zwischen 0,5 und 2% liegen. Nach zweimaligem Filtrieren durch ein Faltenfilter Schl. & Sch. 560 versetzt man mit 0,6 ml Eisessig und 2,5 ml der 40%igen Natriumchloritlösung und verfährt sonst wie oben angegeben.

[1] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **110**, 442—449 (1959). Dtsch. Forsch.anstalt Lebensmittelchemie, München. L. Acker

3. Analysenmethoden auf dem Gebiete der Pharmazie

Alkaloide. *Den mikrochemischen Nachweis einiger atropinähnlicher Drogen* führt E. G. C. Clarke[1] durch, indem er sie im hängenden Tropfen[2] kristallisieren läßt und (oder) durch eine Farbreaktion nachweist. Die Empfindlichkeit des Nachweises, Kristallform und auftretende Färbung sind für 48 Verbindungen in umfangreichen Tabellen angegeben. Als Fällungsreagentien werden verwendet: Jodjodkalium, Kaliumjodid, Natriumcarbonat, Ammoniumthiocyanat, Goldbromid, -chlorid, -cyanid, Platinbromid, -chlorid, -jodid, Bleijodid, Quecksilber(II)-chlorid, Zinkchlorid, Kaliumchromat, Kaliumpermanganat, Kaliumwismutjodid, Dinatriumphosphat, Trinitrobenzoesäure, Pikrinsäure und Pikrolonsäure. Farbreaktionen werden ausgeführt mit: Formaldehyd-Schwefelsäure, Ammoniumvanadat, Ammoniummolybdat, Selendioxyd und Vitali-Reagens.

[1] J. Pharmacy Pharmacol. **11**, 629—636 (1959). Royal Veterinary College, London (England). — [2] Clarke, E. G. C., u. M. Williams: J. Pharmacy Pharmacol. **7**, 255 (1955); vgl. diese Z. **151**, 68 (1956). Ursula Baumann

Über die Bestimmung der Mutterkornalkaloide mit p-Dimethylaminobenzaldehyd berichtet R. Voigt[1]. Verf. hat die einzelnen Bedingungen, die den Ausfall der Reaktion beeinflussen, eingehend untersucht und gibt eine Reagenslösung an (siehe unten), mit der es gelingt, reproduzierbare Werte zu erhalten. Eine Bestrahlung mit UV-Licht erübrigt sich, und es läßt sich noch 1 μg exakt bestimmen. Die Lösung ist auch zum Sichtbarmachen von Flecken auf Papierchromatogrammen geeignet. Eine vorherige Bestrahlung mit gefiltertem UV-Licht ($\sim$ 366 nm) zum Sichtbarmachen von Flecken und Markieren mit Bleistift schadet einer Bestimmung nach Elution des Farbkomplexes nicht, im Gegensatz zu ungefiltertem UV-Licht. — Die Ausführung an Lösungen geschieht in üblicher Weise, aber ohne Belichtung und 15 min nach dem Zusatz des Reagenses (wegen Erwärmung durch hohe Schwefelsäurekonzentration); auch nach 32 Std erhält man noch das gleiche Meßergebnis (Pulfrich-Stufenphotometer, Filter S 61). — Die ausgeschnittenen Flecke schüttelt man mit einer Mischung aus 1 Teil 1%iger Weinsäurelösung und 2 Teilen der Reagenslösung bis zur Zerfaserung und photometriert im Nutschfiltrat. Sowohl unbehandeltes Papier (Schl. & Sch. 2043b), als auch solches, das mit 0,2%iger Weinsäurelösung oder 50%iger äthanolischer Formamidlösung getränkt ist, geben gute Resultate. — *Reagenslösung.* In einer Mischung aus 35 ml Wasser und 65 ml konz. Schwefelsäure gibt man 0,2 g p-Dimethylaminobenzaldehyd und 0,15 ml einer 10%igen (G./V.) Lösung von $FeCl_3 \cdot 6H_2O$.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1959**, 619—630. Humboldt-Univ. Berlin.
E. Müller, Würzburg

Namen- und Sachverzeichnis des 175. Bandes

Namenverzeichnis

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

Abd El Raheem, A. A., und A. S. Moustafa, Indicator zur komplexometrischen Titration von Calcium und Magnesium 366

Abd El Raheem, A. A., A. S. Moustafa und A. M. Amin, Omega Chrome Green BLL: A New Analytical Reagent 19 [Or]

Abramson, E., Nachweis von Stickstoff im Rahmen der C-H-Bestimmung 64

Abramson, E., und J. Laurent, Mikroazotometer für die Messung von Stickstoff 64

Adams, D. F., und R. K. Koppe, Analysenapparat zur Bestimmung des Fluoridgehaltes der Luft 132

Adey, K. A., und J. D. Cox, Bestimmung kleiner Mengen α-Picolin in Pyridin 198

Adlard, E. R., Gaschromatographische Technik 285

Afanaseva, A. F., siehe Altšuler, O. V.

Ageenkov, I. G., Phasenanalyse von Kupfererzen 151

Aiba, K., Bestimmung von Phosphor in Vanadiumstählen 147

Akabori, S., und T. Fujiwara, Bestimmung von Halbcystinresten in Proteinen 232. — Siehe auch Kuratomi, K.

Akaza, I., siehe Kiba, T.

Aksenenko, V. M., siehe Onufrienok, I. P.

Albers, D., Bedeutung einer Stromstabilisierung bei der Papierelektrophorese 40

Albescu, I., siehe Pirtea, D.

Algeri, E. J., und J. T. Walker, Papierchromatographische Trennung von Barbituraten 207

Allam, M. G. E., siehe Issa, I. M.

Allen, R. J. L., Colorimetrische Bestimmung anorganischer Orthophosphate in biologischen Phosphaten 399

Alpert, N. L., siehe White, J. U.

Altšuler, O. V., E. A. Subbotina und A. F. Afanaseva, Reinigung von Niobium von beigemengtem Titan 377

Amakasu, O., siehe Ito, A.

Amin, A. M., siehe Abd El Raheem, A. A.

Anderson, D. A., und E. S. Freeman, Charakterisierung von gesättigten Polyestern 391

Anderson, L., siehe Miller, W. G.

Andrew, T. R., und C. H. R. Gentry, Chemische Methoden zur Bestimmung der Verunreinigungen von Elektrolytnickel 310

Antal, P., siehe Korkisch, J.

Aparicio, M., siehe Kaufmann, H. P.

Appleton, H. D., M. West, M. Mandel und A. M. Sala, Schnellbestimmungsverfahren von Calcium in Blutserum 219

Arensburger, K. E., Bestimmung von Uropepsin 240

Arizan, S., siehe Sterescu, M.

Arndt, R. R., W. J. Nel und V. Pretorius, Flammenionisationsdetektor für die Gaschromatographie 283

Arnikar, H. J., und O. P. Mehta, Radiochromatographie von Erdalkaliionen 437

Arreguín, B., Trennung der Phenylosazone der Zucker über ihre Boratkomplexe 294

Ashman, D. F., Bestimmung der Glutaminoxyessigsäure-Transaminase in Serum und Plasma 238

Athavale, V. T., L. M. Mahajan, N. R. Thakoor und M. S. Varde, Bestimmung von Mikrogramm-Mengen Uran in Thorium 141

van Atta, R. E., und R. D. Jamieson, Bestimmung von Aceton 73

Aubry, J., siehe Marion, F.

Avery, M. E., siehe Chiccarelli, F. S.

Axelrod, B., siehe Bandurski, R. S.

Ayres, G. H., und F. Janota, Spektralphotometrische Bestimmung von kleinen Mengen Palladium 455

Ayres, W. M., und G. W. Leonard, Bestimmung von Pentaerythrit-trinitrat und Nitroglycerin in Nitrocellulosetreibmitteln 393

Baba, S., siehe Nagase, Y.
Babenko, A. S., und E. P. Opanasenko, Mikrokristalloskopischer Nachweis von Peroxydisulfat 57
Babko, A. K., und L. V. Markova, Colorimetrische Sulfatbestimmung 377
Babko, A. K., und M. I. Štokalo, Wachstum von $BaSO_4$-Primärkristallen 368
Bag, S. P., siehe Majumdar, A. K.
Bailey, J. M., Bestimmung von Sorbit, Mannit und Glycerin in biologischen Flüssigkeiten 235. — Siehe auch Whelan, W. J.
Baisse, J., siehe Pien, J.
Baiulescu, Gh., siehe Popa, G.
Baker, E. A., siehe Skerrett, E. J.
Baker, P. T., siehe Yalman, R. G.
Baljan, Ch. V., siehe B. A. Vovsi
Ballczo, H., und G. Doppler, Bestimmung von Barium 49
Balloffet, G., siehe Romand, J.
Bandi, W. R., siehe McDuffie, B.
Bandurski, R. S., und B. Axelrod, Trennung von Phosphaten 78
Bánhidi, Z. G., Mikrobiologische Bestimmung von Thiaminfaktoren 460
Bankovskij, Ju. A., E. M. Švarc und A. F. Ievinš, Bestimmung von Molybdän mit Thiooxin 378
Bányai, E., siehe Erdey, L.
Barcza, L., und E. Körös, Bestimmung von Wismut mit ÄDTA 448. — Siehe auch Körös, E.
Barker, M. G., siehe Burleigh, J. E.
Barkovskij, V. F., Kompensationsfreie, elektrometrische Titration von Beryllium 365
Barry, R., siehe Sawicki, E.
Bartos, J., und J.-F. Burtin, Bestimmung primärer Amine mit o-Aminobenzaldehyd 70
Baškirceva, A. A., und E. M. Jakimec, Komplexometrische Bestimmung von Aluminium 439
Bass, S. T., siehe Connor, J.
Basson, R. A., C. R. DeWet, W. Nel und V. Pretorius, Glühentladungsdetektor der Gaschromatographie 283
Batova, N. T., siehe Rusanov, A. K.
Bear, J. L., siehe Wendlandt, W. W.
Belcher, R., und A. L. Godbert, Aufschluß organischer Verbindungen 65
Belonogova, V. A., siehe Rabovskij, G. V.
Ben-Bassat, A. I., siehe Bobtelsky, M.
Benca, M., siehe Sidwell, C. G.
Beníšek, L., Über die polarographische Bestimmung von Cystin und Cystein in der Wolle 244 [Or]
Berenštejn, L. E., und V. G. Korickij, Spektralanalyse dünner Metallschichten 281
Berg, Ch. F., siehe Stone, L. R.
Berger, E. Y., siehe Kanzaki, G.
Berggren, A., siehe Björling, C. O.
Berkowitz, J., siehe Weissman, M.
Bermejo-Martínez, F., und M. Paz-Castro, Spektralphotometrische Mikrobestimmung von Kupfer 363. — Bestimmung von Kobalt mit Äthylenglykol-bis(β-aminoäthyläther)-N,N′-tetraessigsäure 381
Bermejo-Martínez, F., und R. Rey-Mendoza, Bestimmung von Kupfer mit 1,2-Diaminocyclohexantetraessigsäure und Murexid als Indicator 363
Berndt, W., und J. Šára, Kupferbestimmung in Gegenwart einiger Aminoverbindungen 46
Berstermann, W., siehe Brandt, A.
Bertin, D., siehe Herbain, M.
Berton, A., Nachweis kleiner Mengen gasförmiger, flüssiger oder fester Substanzen 288
Bezuglyj, V. D., und V. N. Dmitrieva, Identifikation von Kunstharzen 390
Bhattacharya, A. K., siehe Chaturvedi, G. K.
Bičovská, P., siehe Bičovský, K.
Bičovský, K., und P. Bičovská, Bestimmung von Xanthogenaten und diäthyldithiocarbamidsaurem Natrium durch Extraktion 75
Bigelow, C. C., und M. Ottesen, Bestimmung von Ribonucleasederivaten 239
Björling, C. O., A. Berggren und B. Willman-Johnson, Bestimmung von Barbitursäurederivaten 208
Bladh, E., siehe Karrman, K. J.
LeBlanc, R. B., siehe Daniel, R. L.
Blanquet, P., Photometrische Bestimmung von Vanadium mit Brenzcatechin 376
Blumenfeld, O. O., und M. Levy, Spektrophotometrische und stöchiometrische Titration von Ribonuclease 239
Blumenkrantz, N., Nachweis von Uronsäuren und Mucopolysacchariden mit dem Anthronreagens 78
Bobtelsky, M., Heterometrische Titrationen 290

Bobtelsky, M., und A. I. Ben-Bassat, Bestimmung von Eisen(III) mit Kaliumrhodanid 454
Bobtelsky, M., und B. Carmon, Bestimmung von Wismut 447
den Boef, G., siehe Polak, H. L.
Bogdanova, I. V., Bestimmung des Gipsgehaltes von Zement 159
Bognár, J., und L. Nagy, Bestimmung von Fluor mit Hilfe des Bleichlorfluoridverfahrens 379
Bolling, H., siehe Tegge, G.
Bondarevskaja, E. A., S. V. Sjavcillo und R. N. Pocepkina, Bestimmung von Äthoxylgruppen in silicium- und aluminiumorganischen Verbindungen 383
Booman, G. L., siehe Maeck, W. J.
Booth, E., F. J. Bryant und A. Parker, Halbmikrovakuumschmelzen zur Bestimmung von Gasen in Metallen 136
Borchert, O., Komplexometrische Bestimmung von Bor neben Barium 49
Borowdale, J., R. H. Jenkins und C. E. A. Shanahan, Bestimmung von Bor in Stahllegierungen 308
Borowicz, A., Flammenphotometrische Analyse von Mineralwässern 301
Bortnik, L. S., siehe Judelevič, I. G.
Bose, B. C., und R. Vijayvargiya, Bestimmung neben Reserpin in Lösungen, Drogen und Präparaten 215
Boulet, M., siehe Marier, J. R.
Bourne, E. J., D. H. Hutson und H. Weigel, Wanderweiten von Kohlenhydraten der Papierionophorese 77
Bouwman, W. C. E., Trennung von Chlormethylphenoxazinsäure und Dinitrokresol bzw. Butyldinitrophenol in Unkrautbekämpfungsmitteln 394
Bovalini, E., und M. Piazzi, Nachweis verschiedener Metalle in Eisenmineralien 313. — Heterometrische Titration von Thioacetamid mit Silbernitrat 290
Boyd, M. L., siehe Montgomery, D. S.
Bozyk, Z., siehe Krauze, S.
Brandl, E., und J. C. de Man, Bestimmung von Diacetyl in Butter 299. — Siehe auch de Man, J. C.
Brandt, A., und W. Berstermann, Verwendung von Spektrographen im Eisenhüttenlaboratorium 145
Braun, T., I. Maksim und I. Galaţeanu, Komplexometrische Bestimmung von Calcium, Strontium und Magnesium 48
Brice, B. A., siehe Willits, C. O.
Bril, K. Y., S. Holzer und B. Réthy, Bestimmung von Thorium in Seltenen Erden 52
British Iron and Steel Research Association, Spektrographische Spurenanalyse im Stahl 146
Brockelt, G., und R. Pohloudek-Fabini, Bestimmung von Weinsäure 76
Brokopf, W., siehe Manecke, H.
Brouček, F. I., siehe Eristavi, D. I.
Bruch, M., siehe Riechert, W.
Bruegemann, W., siehe Yalman, R. G.
Brunauer, S., siehe Copeland, L. E.
Brunelle, M. F., siehe Haagen-Smit, A. J.
Brunisholz, G., und J. P. Quinche, Bestimmung von Ceriterden 371
Brunisholz, G., und M. Randin, Trennung der Seltenen Erden mit Äthylendiamintetraessigsäure 371. — Trennung der Yttererden durch fraktionierte Kristallisation ihrer ÄDTA-Komplexe 371
Brunisholz, G., und E. Vescovi, Trennung Seltener Erden über die ÄDTA-Komplexe 372
Bryant, F. J., siehe Booth, E.
Buchanan, D. L., und B. J. Corcoran, Bestimmung von Kohlenstoff-14 und Gesamtkohlenstoffgehalt in stickstoffhaltigen organischen Präparaten 63
Buchanan, M. A., Papierchromatographische Trennung gesättigter Fettsäuren 74
Budanova, L. M., und N. A. Žukova, Bestimmung von Beryllium in Aluminiumlegierungen 140
Bugaeva, N. I., siehe Lifšic, E. V.
Bugorkova-Zeleneckaja, A. A., und L. N. Petrova, Quantitative Halogenbestimmung in organischen Verbindungen 382
Bulatov, M. I., siehe Švedov, V. P.
Bunnett, J. F., siehe Priest, D. C.
Burchfield, H. P., E. A. Prill und D. Fisher, Nachweis von Verfälschungen in Vanille-Extrakten 299
Burel, R., siehe Nicolas, L.
Burger, K., siehe Schulek, E.
Burleigh, J. E., O. F. McKinney und M. G. Barker, Bestimmung von Vinylpyridin, Acrylnitril und Acrylsäureeinheiten in Elastomeren 391
Burrows, S., F. S. M. Grylls und J. S. Harrison, Trennung von Phosphaten 78

Burtin, J.-F., siehe Bartos, J.
Buschow, K. H. J., siehe de Vries, G.
Busellu, M. A., M. Marzado und C. Rossi, Bestimmung von Kohlenstoff in ^{14}C-markierten organischen Substanzen 382
Busev, A. I., und Fan Chang, Komplexometrische Bestimmung von Molybdän 379
Butylkin, L. P., siehe Krejmer, S. E.
Buzlanova, M. M., siehe Terentev, A. P.
Buzon, J., P. Chovin, L. Fanica, R. Ferrand, G. Guiochon, M. Huguet, J. Lebbe, J. Serpinet und J. Tranchant, Benennung gaschromatographischer Größen 282

Calafeteanu, I., siehe Russu, C.
Caldas, A., und V. Gentil, Tüpfelnachweis für organisch gebundenen Kohlenstoff 63
Calu, C., siehe Liteanu, C.
Campbell, E. E., siehe Williams, J. P.
Campen, W. A. C., und H. Dumoulin, Veraschungsmethode von organischem Material und Bestimmung von Zink nach der Dithizonmethode 219
Carlson, L. A., und L. B. Wadström, Bestimmung der Glyceride im Blutserum 223
Carmon, B., siehe Bobtelsky, M.
Carter, J. R., Amperometrische Bestimmung von Disulfid- und von Sulfhydrylgruppen in Proteinen und Aminosäuren 231
Cassen, C. B., und F. J. Griffin, Ermittlung des Eigehaltes in einigen Lebensmitteln 126
Castano, F. F., siehe Hilf, R.
Cerato, C. C., siehe Lawrey, D. M. G.
Čerkesov, A. I., und T. S. Žigalkina, Vanadiumbestimmung in Stählen 148
Černichov, Ju. A., V. F. Lukjanov und E. M. Knjazeva, Photometrische Zirkoniumbestimmung in reinen Salzen und Phosphoriten mit Brenzcatechinviolett 155
Černichov, Ju. A., V. F. Lukjanov und A. B. Kozlova, Bestimmung von Thorium in Monazitkonzentraten 153
Chaikoff, I. L., siehe Webster jr., W. W.
Chakimova, V., siehe Maksimyčeva, Z. T.
Chandra, K. S., siehe Chowdhury, D. K.
Chang, Fan, siehe Busev, A. I.
Chang Yi-Chung und R. D. Wotring, Gegenstromverteilung aromatischer Kohlenwasserstoffe 79
Chapman, R. A., siehe Genest, C.
Chatterjee, siehe Mitra
Chaturvedi, G. K., und A. K. Bhattacharya, Estimation of Potassium by Precipitation with Sodium Cobaltnitrite 401 [Or]
Cheng, K. L., Bestimmung von Aluminium 145
Cheng, K. L., und F. J. Warmuth, Bestimmung von Aluminium in Hochtemperaturlegierungen 145
Chiccarelli, F. S., M. H. Woolford und M. E. Avery, Bestimmung von Chlortetracyclin- und Tetracyclinhydrochlorid in pharmazeutischen Zubereitungen 217
Childs, W. A., siehe Strickland, R. D.
Chitrov, V. G., siehe Rusanov, A. K.
Chmielowsky, J., und Z. Myslak, Polarographische Bleibestimmung in Urin 220
Chovin, P., siehe Buzon, J.
Chowdhury, D. K., K. S. Chandra und S. Mukherji, Bestimmung des Samenöls von Basella rubra 121. — Siehe auch Kaufmann, H. P.
Čirkov, S. K., und L. S. Studenskaja, Amperometrische Bestimmung von Molybdän in Stahl 310
Civcivadze, T. A., siehe Eristavi, D. I.
Clarke, E. G. C., Nachweis geringer Mengen Nitrat und Nitrit 445. — Mikrochemischer Nachweis atropinähnlicher Drogen 464
Cogbill, E. C., siehe Wartman jr., W. B.
Collins, P., und H. Diehl, Bathophenanthrolin als Reagens zur Bestimmung von Eisen in Urin 453
Condon, R. D., Erweiterungen der gaschromatographischen Arbeitsweise 283
Connelly, J. A., siehe Willits, C. O.
Connolly, R. J., siehe Haycock, R. P.
Connor, J., und S. T. Bass, Spektrochemische Analyse von Pflanzenmaterialien 198
Cooke, N. J., und R. P. Hansen, Isolierung und Identifizierung von n-Heptancarbonsäure aus Tallöl 389
Copeland, L. E., S. Brunauer, D. L. Kantro, E. G. Schulz und C. H. Weise, Quantitative Bestimmung der vier Hauptbestandteile des Portlandzementes 317

Corcoran, B. J., siehe Buchanan, D. L.
Corish, P. J., Polyurethan-Elastomere, Untersuchung 392
DaCosta, F. M., siehe Mitoma, C.
Cox, J. D., siehe Adey, K. A.
Cox, R. I., Trennung von Steroiden 238
Crable, G. F., siehe Kearns, G. L.
Crişan, I., siehe Liteanu, C.
Crowdy, S. H., A. P. Green, J. F. Grove, P. McCloskey und A. Morrison, Bestimmung von Griseofulvin und seinen Derivaten in Pflanzengeweben 199
Cruse, K., und R. Huber, Hochfrequenztitration 35 [L]
Csányi, L. J., und F. Szöke, Oxalate Interference in Cerimetry 187 [Or]
Cucu, N. B., siehe Idu, S. M.
Čudinova, N. N., Amperometrische Bestimmung von Gallium in Anwesenheit von Phosphat 375
Cyrnkowska, M., siehe Zagorski, Z. P.
Czapliński, A., und J. Trokowicz, Bestimmung von Gold in seinen Legierungen mit Kupfer und Silber 303
Czarnecki, K., siehe Michalski, E.
Čžou-Sin, F. Š. Muratov und A. V. Novoselova, Bestimmung von Berylliumoxyd in Cu-Be-Legierungen 303

DaCosta, F. M., siehe Mitoma, C.
Dahme, A., und H. Echterhoff, Bestimmung der „flüchtigen Bestandteile" von Koksen 320
Dahmen, E. A. M. F., siehe van Meurs, N.
Dahn, H., H. Moll und R. Menassé, Bestimmung von Sauerstoffisotopen 65
Damron, C. M., siehe Roe, J. H.
Daniel, H., siehe Simon, H.
Daniel, R. L., und R. B. LeBlanc, Polarographische Bestimmung von Nitrilotriessigsäure in Äthylendinitriloessigsäure 196
Daševskij, M. M., und G. P. Petrenko, Bestimmung von Acenaphthylen in Gemischen mit Acenaphthen 385
Dave, J. S., und A. M. Talati, Bestimmung von Nickel mit α,β-Dioximinoacetoacetanilid 62
Davidow, B., Bestimmung von DDT 131
Davidson, J. D., siehe Mitoma, C.
Davidson, R. J., und W. J. A. Steyn, Bestimmung von Bor mit Curcumin in Pflanzen 319
Day, E. A., und S. Patton, Trennung von Mercaptanen und Mercaptosäuren 69
Dean, J. A., siehe Scroggie, L. E.
Dehority, B. A., Papierchromatographische Trennung von Antioxydantien 129
Demidov, A. A., und L. B. Gorbunova, Bestimmung der Spurenelemente in Kohle und sehr reinem Graphit 320
Demkin, A. M., siehe Gochštejn, J. P.
Derkosch, J., Absorptionsspektralanalyse zur Identifizierung sehr kleiner Farbstoffmengen auf Geweben 204
Dewey, V. C., siehe Heinrich, M. R.
Deyl, Z., und M. Effenberger, Nitratbestimmung mit Brucin 444
Dhont, J. H., Bestimmung von Nitrat in Fleisch und Pökellaugen 127
Diehl, H., siehe Collins, P.
Diehl, J. F., Bestimmung von Cysteinsäure in Eiweißhydrolysaten 227
Diemair, W., und C. Gundermann, Flammenphotometrische Kalium- und Natriumbestimmung in Wein 455
Dixon, B. E., und G. C. Hands, Nachweis von Phosgen in Luft 133
Dizdar, Z. I., und I. D. Obrenović, Bestimmung freier Säure in Uran(VI)-lösungen 373
Dmitrieva, V. N., siehe Bezuglyj, V. D.
Dobbs, H. E., Einfache Meßeinrichtung mit Zählrohr zur Untersuchung von Eluaten 37
Dobrowolski, J., und N. Wyszyński, Radiometrisches Bestimmungsverfahren von Natrium im Blutserum 218
Dobrzycki, J., Bestimmung der Farbintensität von Halb- und Endprodukten der Zuckerfabrikation 122
Doležal, J., B. Moldán und J. Zýka, Bestimmung von Molybdän durch Reduktion mit Amalgamen 450
Donia, R. A., siehe Makens, R. F.
Doppler, G., siehe Ballczo, H., sowie Patzak, R.
Drost, H., Calciumbestimmung in CaSi- und Ca-Si-Al-Legierungen 139
Duboff, G. S., Wasserdampfdestillationsapparatur für Kjeldahl-Bestimmungen 44
Dugandžić, M., und A. Holasek
Dumoulin, H., siehe Campen, W. A. C.
Dutka, F., O. Orient und D. Gal, Messen von radioaktivem Kohlenstoff 375
Dutta, A. N., und N. Gupta, Bestimmung des Phosphors als Chinolinphosphormolybdat 156

Dybczyński, R., Trennung der Seltenen Erden an basischen Anionenaustauscherharzen 371
van Dyck, W., siehe Pietermaat, F.

Echterhoff, H., siehe Dahmè, A.
Eckert, Th., Argentometrische Titration von Chloridionen 206
Eckhard, S., siehe Koch, W.
Effenberger, M., siehe Deyl, Z.
Eich, H. W., siehe Eisenbrand, J.
Eisenbrand, J., und H. W. Eich, Eine Methode zur Bestimmung des Monomerengehaltes im Polystyrol und daraus hergestellten Fertigerzeugnissen 4 [Or]
Eiss, M. I., und P. Giesecke, Colorimetrische Bestimmung organischer Peroxyde und Hydroperoxyde 67
Elbert, W., siehe Sawicki, E.
Eldridge, A., siehe Keily, H. J.
Elliott, M. C., siehe Maeck, W. J.
Ellmer, R., und H. Weil, Anleitung zur Qualitativen Analyse 281 [L]
Ellwood, R. J., siehe Roth, J. F.
Elvidge, D. A., und K. A. Proctor, Bestimmung von Wasser in pharmazeutischen Präparaten 205
Endröi-Havas, A., siehe Schulek, E.
Enkelmann, D., siehe Schober, R.
Erdey, L., und E. Bányai, Bestimmung von Schwefelwasserstoff 449
Eristavi, D. I., F. I. Brouček und T. A. Civcivadze, Radiometrische Bestimmung kleiner Kobaltmengen mit Kaliumhexacyanoferrat(II) 61
Eschle, K., Spektrophotometrische Nicotinbestimmung im Tabak 214
Eve, D. J., siehe Strasheim, A.
Exler, H., siehe Stetter, A.

Fairman, W. D., siehe Moore, F. L.
Fajans, K., und O. Hassel, Bestimmung von Chlorid 206
Fanica, L., siehe Buzon, J.
Farrell, R. F., G. J. Harter und R. M. Jacobs, Bestimmung der Verunreinigungen in Zirkoniummetall 307
Farrington, P. S., R. L. Pecsok, R. L. Meeker und T. J. Olson, Apparatur zur Analyse verschmutzter Luft 132
Fassinger, W. P., und C. E. Gonter, Bestimmung von Phthalsäure 197
Faugeras, G., siehe Paris, R.
Faust, H., Zur spektroskopischen ^{15}N-Bestimmung unter Verwendung eines Stufenfilters 9 [Or]
Fennell, T. R. F. W., M. W. Roberts und J. R. Webb, Bestimmung von Phosphor in organischen Verbindungen 65
Fennell, T. R. F. W., und J. R. Webb, Bestimmung von Phosphor und Silicium in organischen Verbindungen 65
Ferrand, R., siehe Buzon, J.
Feuersenger, M., Bestimmung von Blausäure in Äpfeln 119
Fischer, W., siehe Gerner, G.
Fisher, D., siehe Burchfield, H. P.
Fiske, C. H., und Y. Subbarow, Bestimmung von Phosphor 226
Flaschka, H. A., und W. E. Wolfram, Analytisches Reagens „Metaphosphorsäure" 286
Fletcher, J. P., siehe Johnson, J. B.
de Flines, J., siehe van der Sijde, D.
Forist, A. A., und S. Theal, Spektrophotometrische Bestimmung des Antibioticums Cyclohexamid 217
Fourie, R. M., siehe Strasheim, A.
Franc, J., Papierchromatographische Trennung von Nitrochlornaphthalinen 298
Franc, J., und J. Knížek, Trennung von isomeren aromatischen Kohlenwasserstoffen 79
Franc, J., und Z. Stránský, Chromatographische Spektren zur Identifizierung organischer Verbindungen 288
Francois, M., und L. Seguin, Trennung von Alkaloiden 213
Franěk, F., und J. Mastner, Elutionslose Auswertung von Elektropherogrammen 39
Franzke, C., Bestimmung der Peroxydzahl 120
Freebairn, H. T., Stabilisierung von Ascorbinsäure in Extrakten aus pflanzlichem Material 463
Freegarde, M., und B. Jones, Bestimmung von Molybdän, Vanadium und Titan in niedrig legierten Stählen 149
Freeman, E. S., siehe Anderson, D. A.
Freeman, M. L., siehe Strickland, R. D.
Freeman, N. K., siehe Smith, L. M.
Freimuth, U., siehe Wöhlert, W.
Frishkorn, G. W., siehe Goldin, A. S.
Fritz, G., J. Grobe und D. Ksinsik, Bestimmung funktioneller Gruppen in siliciumorganischen Verbindungen 71
Fritz, J. S., und D. J. Pietrzyk, Trennung von Metallen durch Anionenaustausch 38
Fujiura, M., siehe Funakubo, E.
Fujiwara, T., siehe Akabori, S.
Fukasawa, T., Y. Takabayashi und S. Hirano, Bestimmung kleiner

Mengen Vanadium mit Diphenylaminsulfonat als Reagens 159
Fukuda, T., Trägermaterial und Konzentration der stationären Phase in gaschromatographischen Säulen 282
Fukuda, T., und T. Omori, Bestimmung von Retentionswerten verschiedener Substanzen in der Gaschromatographie 284
Funakubo, E., Y. Matsumoto, M. Fujiura, I. Kawanishi und S. Hiroike, Bestimmung von Anthracen 294
Furnică, D., siehe Papafil, E.
Furnică, M., siehe Papafil, E.

Gade, M., und K. F. Luft, Infrarotspektroskopische Quarzbestimmung in Grubenstäuben 158
Gainer, A. B., siehe Page, J. O.
Gal, D., siehe Dutka, F.
Galaţeanu, I., siehe Braun, T.
Gallaway, W. S., siehe White, J. U.
Galloway, N. McN., Flammenphotometrische Eisen-Kupfer- und Kobaltbestimmung in Kobaltkonzentraten 159
Ganchoff, J. G., siehe Moore, F. L.
Ganguly, M., siehe Purkayastha, B. C.
Garbalinskij, V. A., Bestimmung von Schwefelwasserstoff in Kohlenwasserstoffgasen mit hohem H_2S-Gehalt 390
Garn, S. M., siehe Yalman, R. G.
del Gatto, L., F. T. Lindgren und A. V. Nichols, Bestimmung der Lipoproteine des Serums 234
Gautier, J. A., und P. Pignard, Bestimmung von Bor 49
Gebauhr, W., und A. Spang, Die Bestimmung geringer Selengehalte in Kupfer als Piazselenol nach Abtrennung auf trockenem Wege 175 [Or]
Gedda, P.-O., siehe Karrman, K. J.
Geerinck, G., und J. Hoste, Transistor-bestückter, elektronischer Tropfenzähler 37
Geiger, E. L., Analyse von Spaltproduktmischungen 42
Gejderovič, O. I., siehe Kovalenko, P. N.
Genest, C., und R. A. Chapman, Papierchromatographische Bestimmung und Identifizierung von antimikrobiell wirksamen Substanzen 300
Genkina, L. A., siehe Gochštejn, J. P.
Gentil, V., siehe Caldas, A.
Gentry, C. H. R., siehe Andrew, T. R.
Geppert, G., und L. Kipke, Spektralphotometrische Messungen im nahen Infrarot zur Analyse von Kohlenwasserstoffgemischen 66
Gering, R. K., siehe Thompson, J. F.
Gerner, G., und W. Fischer, Bestimmung von Oleadomycin in Galle und Harn 238
Ghe, A. M., siehe Venturello, G.
Gho, G. Go, siehe Gstirner, F.
Giddings, J. C., siehe Stewart, G. H.
Giesecke, P., siehe Eiss, M. I.
Gilbert, E., und H. Grohmann, Bestimmung von Blei in Traubenmost oder Wein 456
Giménez-Estellés, L., Untersuchung für Öle, Neutralisationspasten und Pflanzenschleimen 319
Ginzburg, L. B., und A. P. Škrobot, Bestimmung von Thallium durch Absorption im UV-Gebiet 442
Giovanella, B., C. Manni und G. Moricca, Turbidimetrischer Nachweis von Decamethoniumsalzen 67
Giurgea, M., M. Sterescu, S. Haragra und V. Tropa, Bestimmung von Vitamin B_{12} in Ampullen und konzentrierten Extrakten 462
Glebovskaja, E. A., E. I. Maksimov und A. K. Petrov, Bestimmung der CH_2-Gruppen in offenen Kohlenstoffketten mit mehr als 4 Gliedern 383
Gochštejn, J. P., L. A. Genkina und A. M. Demkin, Bestimmung von Niob in Niob-Tantal-Legierungen 143
Godbert, A. L., siehe Belcher, R.
Goldin, A. S., R. J. Velten und G. W. Frishkorn, Bestimmung von radioaktivem Strontium 367
Goldstein, D., Komplexometrische Bestimmung von Calcium mit Glyoxal-bis(2-hydroxyanil) 366
Gonter, C. E., siehe Fassinger, W. P.
Gorbunova, L. B., siehe Demidov, A. A.
Górniok, A., Bestimmung von oberflächenaktiven Substanzen in Peloiden 318
Gotô, H., und S. Ikeda, Bestimmung kleiner Quecksilbermengen 49. — Colorimetrische Mikrobestimmung von Molybdän 450
Gotô, H., S. Ikeda und E. Sudô, Analyse von Cu-Al- und Ag-Al-Legierungen 139
Grăciuneanu, R., siehe Popper, E.
Graff, P. R., siehe Langmyhr, F. J.
Graham, H. D., und R. McL. Whitney, Bestimmung von Natriumlaurylsulfat 396
Grant, D. W., und G. A. Vaugham, Gaschromatographische Technik 285

Grapich, Z., siehe Hryniewiecka, J.
Graue, G., und R. Marotz, Direktregistrierende Hilger-Spektrographen im Eisenhüttenlaboratorium 146
Gray, S. J., C. G. Ramsey und R. W. Reifenstein, Bestimmung von Uropepsin 240
Grecu, I., Gravimetrische Bestimmung von Silber 364
Green, A. P., siehe Crowdy, S. H.
Green, J., und S. Marcinkiewicz, Trennung von Tocopherolgemischen 128. — Siehe auch Marcinkiewicz, S.
Greene jr., W. J., siehe Touchstone, J. C.
Gregorowicz, Z., Bemerkungen zur colorimetrischen Bestimmung von Vanadium mit Phosphorwolframsäure 161 [Or]
Griffin, F. J., siehe Cassen, C. B.
Grišina, T. I., Spektralanalytische Untersuchung der Verunreinigungen Seltener Erden 370
Grobe, J., siehe Fritz, G.
Grohmann, H., siehe Gilbert, E.
Grove, J. F., siehe Crowdy, S. H.
Grylls, F. S. M., siehe Burrows, S.
Gstirner, F., und G. Go. Gho, Bestimmung von Gerbstoffen 388
Gubser, H., Bestimmung von Spuren Selen, Phosphor und Eisen 58
Guffy, J. C., und G. R. Miller, Analyse von Polyphosphorsäuren nach der kernmagnetischen Resonanzmethode 447
Guiochon, G., siehe Buzon, J.
Gundermann, C., siehe Diemair, W.
Gupta, N., siehe Dutta, A. N.
Gur'ev, S. D., und N. F. Saraeva, Bestimmung von Calcium und Magnesium in metallischem Blei 142
Gurule, F. T., siehe Strickland, R. D.
Gutter, F. J., siehe Sober, H. A.
Györbíró, K., Polarographische Bestimmung von Beryllium 365
Gysel, H., Individuelle Fehlerquellen bei der Mikroanalyse 281

Haagen-Smit, A. J., V. D. Taylor und M. F. Brunelle, Messung von Stickstoffmonoxyd und Schwefeldioxyd in Rauchgasen 134
Habashi, F., Einfluß der Phosphorsäure auf die Uranbestimmung mit Ammoniumthiocyanat 55
Hädicke, M., Bestimmung verschiedener Antihistaminica und Spasmolytica 210
Hänni, H., und W. Ritter, Prinzip und apparativer Aufbau der Gaschromatographie bei der Untersuchung von Milchprodukten 124
Haerdi, W., siehe Monnier, D.
Häusermann, M., siehe Waltz, P.
Häusser, H., Herstellung von Chromatogrammplatten für die Dünnschichtchromatographie 36
Hahn, H. H., siehe Terres, E.
Halász, I., und W. Schneider, Prinzip eines neuartigen, nichtelektronischen Integrators mit Ziffernregistrierung 94 [Or]
Hall, M. E., Polarographische Bestimmung von 1,2-Diaminocyclohexan in Hexamethylendiamin 202
Haller, H. L., siehe Schechter, M. S.
Hamburger, H. J., Bestimmung von Kalium 45
Hamdy, M., siehe Issa, I. M.
Hammer, B. W., siehe Prill, E. A.
Hands, G. C., siehe Dixon, B. E.
Hanley, A., siehe Lysyj, I.
Hansen, R. P., siehe Cooke, N. J.
Hara, Y., Trennung von Fructose-1-phosphat an Ionenaustauschern mit Borat als Elutionsmittel 78
Haragra, S., siehe Giurgea, M.
Hardonk, M. J., siehe de Vries, G.
Hardy, C. J., Gaschromatographische Messungen von Aktivitätskoeffizienten verschiedener stationärer Phasen 284
Harlow, E. S., siehe Wartman jr., W. B.
Harris, A. F., siehe Saifer, A.
Harrison, J. S., siehe Burrows, S.
Harter, G. J., siehe Farrell, R. F.
Hartmann, H., und G. Ströhl, Sauerstoffbestimmung an Oxyden der 2. Hauptgruppe 84 [Or.]
Hase, K., Bestimmung von Coffein in Kaffeeaufgüssen 216
Hashimoto, Y., siehe Yanagisawa, S.
Haskin, J. F., siehe Warren, G. W.
Hassel, O., siehe Fajans, K.
Hauser, T. R., siehe Sawicki, E.
Haycock, R. P., P. B. Sheth, R. J. Connolly und W. J. Mader, Mikrobestimmung von Reserpin in Futtermitteln mit salpetriger Säure 388
Heady, H. H., siehe Lytle, F. W.
Hecht, F., siehe Korkisch, J.
Heimburger, N., siehe Schober, R., sowie Turba, F.
Heinrich, M. R., V. C. Dewey und G. W. Kidder, Bestimmung von Pteroylglutaminsäure 461

Herbain, M., und D. Bertin, Radiometrische Ultramikrobestimmung von Harnstoff in Blut 224
Herreid, E. O., siehe Tobias, J.
Herrmann, G., siehe Menke, H.
Hesse, G., siehe Löber, G.
Hibbits, J. O., siehe Keily, H. J.
Hibbs, L. E., und D. H. Wilkins, Analyse von Aluminium, Titan und Nickel in Legierungen 140. — Siehe auch Wilkins, D. H. (H. D.)
Hikime, S., H. Yoshida und Y. Uzumasa, Trennung von Tellur(IV) und Eisen(III) in salzsaurer Lösung 449
Hild, W., siehe Lieser, K. H.
Hilf, R., G. A. Lightbourn und F. F. Castano, Papierchromatographie von Barbituraten 207
Hill, R. V., siehe Lacy, J.
Hirano, S., siehe Fukasawa, T.
Hiroike, S., siehe Funakubo, E.
Hobson, F., und W. H. Stephenson, Bestimmung von MgO und SiO_2 in Magnesiumtrisilicat und calciniertem Magnesit 314
Höfle, K. H., Wanderweiten der Globuline und Gesundheitszustand der Serumlieferanten 234
Hörmann, H., und H. von Portatius, Trennung von 2,4-Dinitrophenylaminosäuren und Peptiden an Polyamidsäulen 225
Holasek, A., und M. Dugandžić, Komplexometrische Bestimmung von Natrium 44
Holmgren, A., und B. Pernow, Spektrophotometrische Bestimmung der Sauerstoffsättigung des Blutes 220
Holzer, S., siehe Bril, K. Y.
Horáček, J., Z. Malkus und I. Schoberová, Die colorimetrische Bestimmung von ε-Caprolactam 415 [Or]
Horwatitsch, H., siehe Kainz, G.
Hoskins, J. L., siehe Milton, R.
Hoste, J., siehe Geerinck, G.
Hoyois, J., Eigenschaften der Derivate des p-Chlorbenzhydryl-piperazins 212
Hozumi, K., und N. Morita, Schmelzpunktspolarisaticnsmikroskop 43
Hryniewiecka, J., und Z. Grapich, Bestimmung des Stabilisators Diphenylamin in Trichloräthylen 390
Huber, R., siehe Cruse, K.
Hubicki, W., und K. Wiaçek, Potentiometrische Titrationen in der Lösung vom Triacetatsolvat des Trimethylaminacetats 97 [Or]
Hudeček, S., Trennung von Phenol und Kresolisomeren 296
Huguet, M., siehe Buzon, J.
Hui, P., siehe Neukom, H.
Hutson, D. H., siehe Bourne, E. J.

Iancu, S., siehe Miss, A.
Ibarra, A., siehe Valenciano, O. A.
Ichikawa, F., Abtrennung von Technetium-99 aus Uran-235 450
Iddings, F. A., siehe Pickard, P. L.
Idu, S. M., und N. B. Cucu, Quantitative Auswertung von Elektrophorese-Diagrammen 40
Ievinš, A. F., siehe Bankovskij, Ju. A.
Ikeda, S., siehe Gotô, H.
Indinger, J., siehe Quentin, K. E.
Ioan, S., siehe Nicolaescu, V.
Ioganson, A. V., siehe Tarasov, A. I.
Iorga, N., siehe Modreanu, F.
Ishibashi, M., und M. Tabushi, Bestimmung von Phosphorsäure als Molybdatophosphorsäure 446
Issa, I. M., und M. G. E. Allam, Oxidation with Manganate Solutions III. Reduction of Manganate with Hydrogen Peroxide and Bivalent Manganese 103 [Or]. — Oxidation with Manganate Solutions IV. Determination of Monovalent Thallium 421 [Or]
Issa, I. M., und M. Hamdy, Oxidations with Potassium Permanganate in the Presence of Fluoride IV. Determination of Ferrous Iron, in Presence of Fluoride Ions 110 [Or]
Ito, A., und O. Amakasu, Bestimmung der Antibiotica Thiolutin und Aureothricin 216
Ivanova, I. I., siehe Moldavskij, B. L.
Izmanova, T. A., siehe Kljačko, Ju. A.

Jackman, W. H. F., siehe Milton, R.
Jackwerth, E., siehe Specker, H.
Jacobs, R. M., siehe Farrell, R. F.
Jacobsen, S. D., siehe Ressler, N.
Jakimec, E. M., siehe Baškirceva, A. A.
James, A. T., Gaschromatographische Technik 284
Jamieson, R. D., siehe van Atta, R. E.
Janák, J., siehe Krejčí, M.
Jánosik, J., siehe Jánosiková, Vl.
Jánosiková, Vl., J. Jánosik und M. Kovařík, Spektralanalytische Untersuchung von Eisen und Stahl 308
Janota, F., siehe Ayres, G. H.
Jegorov, Ju. P., V. A. Šljapočnikov und A. D. Petrov, Infrarotspektroskopische Strukturbestimmung von Alkanen und Naphthenen 68
Jenkins, R. H., siehe Borrowdale, J.

Johnson, A. J., und E. Vejvoda, Spektrochemische Bestimmung von spurenförmigen Verunreinigungen in Plutoniumnitratlösung 374
Johnson, D. P., und J. B. Johnson, Chromatographische Trennung von primären und sekundären Monoaminen als 3,5-Dinitrobenzamide 70
Johnson, J. B., und J. P. Fletcher, Bestimmung von Vinyläthern und anderen ungesättigten Verbindungen 68. — Siehe auch Johnson, D. P.
Johnson, T. E., siehe Kersey, R. W.
Jones, B., siehe Freegarde, M.
Jorysch, D., Nachweis von Verfälschungen in Vanille-Extrakten 299
Judelevič, I. G., I. R. Šelpakova, T. I. Sosnovskaja und L. S. Bortnik, Spektrographische Kontrolle bei der Herstellung seltener Metalle 305

Kabasakalian, P., und J. McGlotten, Polarographisches Verhalten von jodierten Röntgenkontrastmitteln an der Quecksilberelektrode 41
Kaczmarek, F., und E. Steinegger, Papierchromatographische Trennung des Lobinalins von den Alkaloiden der Lobelia inflata-Gruppe 213
Kainz, G., und H. Horwatitsch, Zur Kenntnis der Oxydationsvorgänge bei der Elementaranalyse. 1. Mitteilung. Die Wirksamkeit der Oxydationsschicht bei der Preglschen C-H- und N-Bestimmung 166 [Or]. — Zur Kenntnis der Oxydationsvorgänge bei der Elementaranalyse. 2. Mitteilung. Herstellung hochaktiver Rohrfüllungen für die N-Bestimmung 272 [Or]
Kala, H., H. Moldenhauer und K. Wolff, Analytik einiger pharmazeutisch verwendeter Purinderivate 212
Kanazawa, J., und R. Sato, Colorimetrische Bestimmung von Quecksilber in Fungiciden 394
Kane, P. O., Bestimmung von Drogengehalten in biologischen Flüssigkeiten 221
Kanno, T., Spektralphotometrische Bestimmung von Uran mit Quercetinsulfonsäure 372. — Bestimmung von Uran mit Flavonol 441
Kantro, D. L., siehe Copeland, L. E.
Kanzaki, G., und E. Y. Berger, Bestimmung von Methylcellulose in Lösungen 200
Karabaš, A. G., Š. I. Pejzulaev, R. L. Sljusareva und V. M. Meškova, Spektralanalyse von Reinstaluminium 139
Karavanova, N. I., siehe Kutepov, D. F.
Karchmer, J. H., Verhalten einer schnell tropfenden Quecksilberelektrode bei der Analyse 41. — Verhalten der schnell tropfenden Quecksilberelektrode bei der Sauerstoffbestimmung in Lösungen 41. — Siehe auch Tyler, C. P.
Karrman, K. J., E. Bladh und P.-O. Gedda, Potentiometrische Bestimmung von Kalium als Tetraphenyloborat mit Silbernitrat 45
Kasper, E., Bestimmung von Mikromengen Schwefelwasserstoff 449
Kataev, G. A., siehe Rozanova, L. N.
Kaufmann, H. P., und M. Aparicio, Nachweis von Fremdfetten in Olivenöl 120
Kaufmann, H. P., und D. K. Chowdhury, Hydrierung von Fetten auf dem Papier 121
Kaufmann, H. P., und H. Kirschnek, Papierchromatographie auf dem Fettgebiet 456
Kaufmann, H. P., und Z. Makus, Bestimmung von Fremdfetten 120. — Papierchromatographische Trennung von Gemischen synthetischer und natürlicher Triglyceride 75
Kaufmann, H. P., und W. H. Nitsch, Bestimmung von Ölen 121
Kaufmann, H. P., und H. Schnurbusch, Bestimmung von Fremdfetten 120. — Papierchromatographische Trennung der Glyceride des Sojaöls 458
Kaufmann, H. P., und G. Walther, Papierchromatographischer Nachweis grenzflächenaktiver Stoffe 203
Kawanishi, I., siehe Funakubo, E.
Kearns, G. L., N. C. Maranovski und G. F. Crable, Analyse von Erdölprodukten im Bereich von C_{12} bis C_{20} 200
Kedde, D. L., Untersuchung von Digitalisblättern 211
Keily, H. J., A. Eldridge und J. O. Hibbits, Bestimmung von Chrom mit einer Genauigkeit von 0,1% 378
Kempiński, O., siehe Zagórski, Z.
Kersey, R. W., J. R. Maddocks und T. E. Johnson, Bestimmung von Zuckern in biologischen Flüssigkeiten 235
Kespon, A. S., siehe Rittenberg, D.
Keulemans, A. I. M., Gaschromatographie 34 [L]

Khorasani, S. S. M. A., und M. H. Khundkar, Trennung des Antimons(V) von Kupfer, Cadmium, Kobalt und Eisen(III) 447
Khundkar, M. H., siehe Khorasani, S. S. M. A.
Khym, J. X., und L. P. Zill, Bestimmung von Zuckern 122
Kiba, T., I. Akaza, N. Kiski und S. Taki, Bestimmung von Schwefel in Cysteinresten 233
Kidder, G. W., siehe Heinrich, M. R.
Kiełczewski, W., Bestimmung von reduzierenden Zuckern 293
Kipke, L., siehe Geppert, G.
Kirner, W. R., Aufstellung von Mikrowaagen 44
Kirschnek, H., siehe Kaufmann, H. P.
Kiski, N., siehe Kiba, T.
Kiss, S. A., Die jodometrische Arsenbestimmung im technischen Calciumarsenat 81 [Or]
Kitagawa, H., und N. Shibata, Spektralphotometrische Bestimmung von Phosphor 446
Klassova, N. S., siehe Sinjakova, S. I.
Klebe, J. F., siehe Simon, H.
Klein, B., siehe Weissman, M.
Kleine-Natrop, H. E., Untersuchung von Puder und Puderbestandteilen 204
Klewska, A., und J. Wahn, Bestimmung von Bariumspuren in biologischem Material 160
Klinkmann, A., Analyse von Sondermessing, Lagermetall und Weißmetall 138
Kljačko, Ju. A., und T. A. Izmanova, Wahl der Bestimmungsmethode von Wasserstoff in Stählen 147
Knapstein, H., Zur Bestimmung von Strontium-90 in Wasserproben durch Ionenaustauschverfahren 255 [Or]
Knížek, J., siehe Franc, J.
Knjazeva, E. M., siehe Černichov, A.
Koch, O. G., siehe Meyer, S.
Koch, W., S. Eckhard und F. Stricker, Spektrale Gasanalyse im Stahl 146
van Koeckhoven, L., siehe Wachsmuth, H.
Koenig, L. R., Photographische Bestimmung von Silberjodidkristallen 364
Körbl, J., siehe Vydra, F.
Körös, E., und L. Barcza, Chelatometrische Titration von Eisen(II) neben anderen Elementen 453. — Siehe auch Barcza, L.
Koizumi, K., siehe Mizoguchi, S., sowie Takiura, K.
Kolšek, J., M. Perpar und M. Žitko, Papierchromatographischer Nachweis von 3,4-Benzpyren im Rauchkammerruß 202
Konkoly Thege, I., siehe Pungor, E.
Kononenko, L. I., und N. S. Poluektov, Bestimmung von Zirkonium in phosphathaltigen Erzen 155
Kopanica, M., siehe Přibil, R.
Koppe, R. K., siehe Adams, D. F.
Korickij, V. G., siehe Berenštejn, L. E.
Korkisch, J., P. Antal und F. Hecht, Bestimmung von Uran und Thorium in natürlichen Wässern 135
Korpáczy, I., Halbmikrobestimmung des Phosphorgehaltes in Lipoiden 234
Korpak, W., und K. Majchrzak, Bestimmung von n-Butanol in Tri-n-butylphosphat 387
Kortüm, G., Lehrbuch der Elektrochemie 34 [L]
Kortüm, G., und J. Vogel, Auswertung von Papierchromatogrammen 39
Košeleva, M. M., und T. I. Kuznecova, Zuschläge bei der spektralanalytischen Bestimmung Seltener Elemente 374
Kourey, R. E., siehe Warren, G. W.
Kovács, G. S., und K. E. Tórnoky, Komplexometrische Titration von Calcium und Magnesium in biologischen Flüssigkeiten 398
Kovalenko, P. N., und O. I. Gejderovič, Polarographische Bestimmung von Beryllium 365
Kovařík, M., siehe Jánosiková, Vl.
Kowalewski, Z., Untersuchung von Digitalisblättern 211
Kozerski, T., und Z. Łada, Feuchtigkeitsbestimmung im Boden 314
Kozlova, A. B., siehe Černichov, Ju. A.
Kozlovskij, M. T., siehe Zebreva, A. I.
Kranjčevič, M., siehe Njegovan, V. N.
Krauze, S., und Z. Bozyk, Polarographische Bestimmung von Vitamin C in frischem Obst und Gemüse 128
Krejčí, M., und J. Janák, Gaschromatographische Bestimmung von Argon neben Sauerstoff und anderen permanenten Gase 437
Krejmer, S. E., und L. P. Butylkin, Bestimmung von Kobalt und Eisen in reinem Nickel 150

Krishnamurthi, M., siehe Sarma, P. S. N.
Kristiansen, H., siehe Langmyhr, F. J.
Ksinsik, D., siehe Fritz, G.
Kudrjavceva, N. A., siehe Tarasov, A. I.
Kühn, W., Bestimmung von Wasser in festen Materialien wie Sand, Kohle, Torf, Holz usw. 158
Kuemmel, D. F., siehe Lohman, F. H.
Kukovetz, W. R., siehe Touchstone, J. C.
Kundu, K. K., und M. N. Das, Verwendung von Quecksilber(II)-acetat als Reagens in nichtwäßrigen Lösungen 42
Kuratomi, K., K. Ohno und S. Akabori, Untersuchung von Aminosäuren 233
Kurzawa, Z., Bestimmung von Sulfid, Thiocyanat und Thiosulfat 377
Kustas, V. L., und G. V. Lazebnaja, Bestimmung von Samarium neben Seltenen Erden 372
Kutepov, D. F., A. A. Potašnik und N. I. Karavanova, Trennung von 2,4,6-Trichloranilin, 2,4,5-Trichloranilin und 2,4-Dichloranilin 386
Kutschke, K. O., siehe Wenger, F.
Kuznecov, V. I., und L. A. Ochanova, Volumetrische Bestimmung von μg-Mengen der Seltenen Erden 440
Kuznecova, T. F., siehe Rabovskij, G. V.
Kuznecova, T. I., siehe Košeleva, M. M.

Lacy, J., und R. V. Hill, Gaschromatographische Kontrolle eines Gases bei der Ammoniakherstellung 134
Łada, Z., siehe Kozerski, T.
Laddha, G. S., siehe Rao, B. K. Sadananda
Lambert, M., und A. O. Neish, Bestimmung der Glyceride im Blutserum 223
Langer, A., Bestimmung von Kobalt 61
Langmyhr, F. J., und P. R. Graff, Photometrische Bestimmung von Silicium als Molybdatokieselsäure 55
Langmyhr, F. J., und H. Kristiansen, Indirekte chelatometrische Bestimmung von Aluminium 50. — Siehe auch Skaar, O. B.
Launer, H. F., und Y. Tomimatsu, Reaktion zwischen Chlorit und Aldehyd 71, 72
Laurent, J., siehe Abramson, E.
Lawrey, D. M. G., und C. C. Cerato, Bestimmung von Methan in Luft 133
Lazarev, A. I., und V. I. Lazareva, Bestimmung von Borsäure in einem Nickelelektrolyt 312
Lazareva, V. I., siehe Lazarev, A. I.
Lazebnaja, G. V., siehe Kustas, V. L.
Lebbe, J., siehe Buzon, J.
Lefèvre, P., Bestimmung kleiner Mengen Magnesium neben viel Calcium im Boden 314
Lehmann, K., siehe Schormüller, J.
Lehner, H., Reinheitsprüfung pharmazeutischer Präparate mit Hilfe von Mikromethoden 205
Leonard, G. W., siehe Ayres, W. M.
Leonov, V. N., siehe Sazonova, V. A.
Levy, M., siehe Blumenfeld, O. O.
Lewis, Ph. A., siehe Stone, L. R.
Lieser, K. H., und W. Hild, Abtrennung von Strontium-90 aus Lösungen 367
Lifšic, E. G., siehe Vysockij, R. Ja.
Lifšic, E. V., und N. I. Bugaeva, Spektralanalyse von Beimengungen in Chrom 307
Lightbourn, G. A., siehe Hilf, R.
Lindgren, F. T., siehe del Gatto, L.
Lindlar, H., Katalysator bei der Bestimmung von Peroxyden 290
Lindsey, A. J., Spektralphotometrische Bestimmung von kondensierten Aromaten 80
Liteanu, C., I. Crișan und C. Calu, Komplexometrische Bestimmung von Aluminium und Chrom(III) in Gemischen 369
Liteanu, C., Gh. Murgu und L. Marinescu, Beiträge zur komplexometrischen Bestimmung von Kationengemischen. II. Über die komplexometrische Titration des Zinks und Kupfers in Gegenwart von Murexid als Indicator 1 [Or]
Liu, Y.-Sh., siehe Yen, J.-Y.
Löber, G., und G. Hesse, Hochfrequenztitration von Oxytetracyclin und seinem Hydrochlorid 211
Lohman, F. H., D. F. Kuemmel und E. M. Sallée, Bestimmung von Eisen mit o-Phenanthrolin oder Bathophenanthrolin 452
St. Lorant, L., Bestimmung von Cystinresten 232
Lothringer, R. L., siehe Makens, R. F.
Luft, K. F., siehe Gade, M.
Luke, C. L., Bestimmung von Antimon und Thallium in Blei 305
Lukjanov (Lukianov), V. F., siehe Černichov, Ju. A.

Lulova, N. I., siehe Tarasov, A. I.
Lyle, S. J., Verwendung von Benzidin und seinen Derivaten als Indicatoren 286
Lysyj, I., J. E. Zarembo und A. Hanley, Bestimmung geringer Mengen von Kohlenmonoxyd in Gasgemischen 133
Lytle, F. W., und H. H. Heady, Nachweisempfindlichkeit von Seltenen Erden durch Röntgenfluorescenzspektrometrie 50

McCloskey, P., siehe Crowdy, S. H.
MacDuffee, R. C., Meßkreisänderungen an einem Baird-Flammenphotometer 36
McDuffie, B., W. R. Bandi und L. M. Melnick, Bestimmung von Niob und Wolfram in rostfreien Stählen und Legierungen auf Kobaltbasis 148
McGlotten, J., siehe Kabasakalian, P.
Machel, A. R., siehe Page, J. O.
Mack, P. A., siehe Strickland, R. D.
McKinney, O. F., siehe Burleigh, J. E.
Maddocks, J. R., siehe Kersey, R. W.
Mader, W. J., siehe Haycock, R. P.
Maeck, W. J., G. L. Booman, M. C. Elliott und J. E. Rein, Spezifische spektralphotometrische Uranbestimmung 54
Magliocca, T. S., siehe Williams, J. P.
Mahajan, L. M., siehe Athavale, V. T.
Mahon, M. E., siehe Payza, A. N.
Majchrzak, K., siehe Korpak, W.
Majumdar, A. K., und S. P. Bag, Bestimmung von Eisen mit Chinolinsäure 452
Majumdar, A. K., und A. K. Mukherjee, Bestimmung von Niob mit N-Benzoyl-N-phenylhydroxylamin 448
Majumdar, A. K., und C. P. Savariar, Bestimmung von Titan 443
Makens, R. F., R. L. Lothringer und R. A. Donia, Mikrobestimmung von Methoxyl- und Äthoxylgruppen 67
Maksim, I., siehe Braun, T.
Maksimov, E. I., siehe Glebovskaja, E. A.
Maksimyčeva, Z. T., und V. Chakimova, Bestimmung des gesamten Fluors in Tetrafluoroboraten 380
Makus, Z., siehe Kaufmann, H. P.
Malissa, H., siehe Obst, K. H.
Malkus, Z., siehe Horáček, J.
de Man, J. C., und E. Brandl, Bestimmung von Diacetyl in Butter 298. — Siehe auch Brandl, E.
Mandel, M., siehe Appleton, H. D.
Manecke, H., und W. Brokopf, Selbstregistrierende Spektrographen im Eisenhüttenlaboratorium 145
Manni, C., siehe Giovanella, B.
Mára, M., siehe Palouš, R.
Maranovski, N. C., siehe Kearns, G. L.
Marcinkiewicz, S., und J. Green, Trennung von Tocopherolgemischen 129. — Siehe auch Green, J.
Marier, J. R., und M. Boulet, Bestimmung von Magnesium in Milch 123
Marinescu, L., siehe Liteanu, C.
Marion, F., und J. Aubry, Bestimmung von metallischem Eisen neben Eisen(II)- und Eisen(III)-ionen 451
Markova, L. V., siehe Babko, A. K.
Maros, L., siehe Schulek, E.
Marotz, R., siehe Graue, G.
Martin, R., siehe Pien, J.
Marzado, M., siehe Busellu, M. A.
Maslennikov, A. S., Bestimmung von Cyclohexanon und Cyclohexanol 386
Mastner, J., siehe Franěk, F.
Matsumoto, Y., siehe Funakubo, E.
Mázor, L., und M. Pápay, Photometrische Bestimmung der Tetracycline auf Grund ihrer mit Ammoniummolybdat gebildeten Komplexe 355 [Or]
Meeker, R. L., siehe Farrington, P. S.
Mehta, O. P., siehe Arnikar, H. J.
Melnick, L. M., siehe McDuffie, B.
Menassé, R., siehe Dahn, H.
Mendlina, N. G., A. A. Novoselova und R. S. Ryčkov, Auflösung von Mikropulvern von geschmolzenem Aluminiumoxyd und Bestimmung der Beimengungen 316
Mengel, K., siehe Scharrer, K.
Menke, H., und G. Herrmann, Über die polarographische Bestimmung des Urans und seine Abtrennung durch Lösungsmittelextraktion in Gegenwart von Phosphat 324 [Or]
Meškova, V. M., siehe Karabaš, A. G.
Metz, C. F., siehe Waterbury, G. R.
Meulendijk, P. N., Bestimmung der Pseudocholinesterase 239
van Meurs, N., und E. A. M. F. Dahmen, Konduktometrische und potentiometrische Bestimmung organischer Stickstoffbasen 69
Meyer, S., und O. G. Koch, Analyse von Oxydeinschlüssen im Stahl 149
Meyer zu Reckendorf, W., Polyester als stationäre Phasen in der Gaschromatographie 350 [Or]

Michailova, Z. K., siehe Rjabčikov, D. I.
Michal, J., und J. Zýka, Kupferreaktion mit Tetraäthylthiuramdisulfid 362
Michalski, E., und K. Czarnecki, Amperometrische Bestimmung von Oxalsäure, Weinsäure und Citronensäure 291
Michalski, E., und M. Turowska, Identifizierung aliphatischer Alkohole durch Chemiluminescenz-Indicatoren 288
Middleton, F. M., siehe Rosen, A. A.
Mijal, C. F., siehe Sullivan, M. X.
Miller, G. R., siehe Guffy, J. C.
Miller, M. T., siehe Stone, L. R.
Miller, W. G., und L. Anderson, Verteilung der ^{18}O-Isotope in Kohlendioxyd 57
Mills, M. B., siehe Roe, J. H.
Milton, R., J. L. Hoskins und W. H. F. Jackman, Bestimmung von Kaliumguajacolsulfonat 209
Miss, A., und S. Iancu, Bestimmung von Sulfathiazol 80
Misumi, S., und T. Taketatsu, Komplexometrische Titrationen der Seltenen Erden 369
Mitchell jr., J. H., siehe Sidwell, C. G.
Mitoma, C., T. E. Smith, J. D. Davidson, S. Udenfriend, F. M. DaCosta und A. Sjoerdsma, Bestimmung von Hydroxyprolin 226
Mitra und Chatterjee, Zirkularpapierchromatographie 225
Mizgalski, W., siehe Smoczkiewiczowa, A.
Mizoguchi, S., und K. Koizumi, Manganometrische Calciumbestimmung 367
Młodecka, J., Bestimmung von Acrolein in wäßrigem Medium 289. — Trennung von Phenol und Kresolisomeren 296. — Bestimmung von p-Kresol 296
Mocoroa, F., Bestimmung von Kalium in Serum 398
Modreanu, F., und N. Iorga, Sedimetrische Bestimmung von Kalium 45
Möller, P., Bestimmung von Carbonylgruppen 120
Moldán, B., siehe Doležal, J.
Moldavskij, B. L., und I. I. Ivanova, Bestimmung von Cyclohexanon und Nitrocyclohexan neben Cyclohexylnitrit 386
Moldenhauer, H., siehe Kala, H.
Moll, H., siehe Dahn, H.
Monnier, D., W. Haerdi, J. Vogel und P. E. Wenger, Bestimmung von Kobaltspuren durch Extraktion mit Dithizon 454
Montgomery, D. S., und M. L. Boyd, Strukturanalyse von Kohlenwasserstoffen 66
Moore, F. L., W. D. Fairman, J. G. Ganchoff und J. G. Surak, Selektive Extraktion von Eisen(III) mit Thenoyltrifluoraceton 60
Moore, S., und W. H. Stein, Trennung von Aminosäuren 225, 226
Morgan, P. J., Bestimmung kleiner Mengen organischer Basen im Urin 222
Mori, K., und M. Nakamura, Bestimmung des Gesamtphosphors in biologischen Substanzen 399. — Bestimmung von Zuckern in Pflanzenextrakten 122
Moricca, G., siehe Giovanella, B.
Morita, N., siehe Hozumi, K.
Morris, C. J., siehe Thompson, J. F.
Morrison, A., siehe Crowdy, S. H.
Moustafa, A. S., siehe Abd El Raheem, A. A.
Mukherjee, A. K., siehe Majumdar, A. K.
Mukherji, S., siehe Chowdhury, D. K.
Muratov, F. Š., siehe Čžou-Sin
Murgu, Gh., siehe Liteanu, C.
Muroi, S., siehe Suzuki, N.
Muzyczuk, J., Apparatur zur Bestimmung von Sauerstoff in einer Gasprobe 287
Myslak, Z., siehe Chmielowsky, J.

Nagase, Y., S. Baba und M. Suzuki, Bestimmung von Saccharin und Dulcin nebeneinander 211. — Bestimmung von α- und β-Naphthol nebeneinander 294. — Siehe auch Suzuki, M.
Nagy, L., siehe Bognár, J.
Nakajima, T., und M. Takahashi, Bestimmung von Thoriumdioxyd in Monazit 153
Nakamura, E., siehe Suzuki, M.
Nakamura, M., Bestimmung von anorganischen Orthophosphaten in biologischen Phosphaten 399. — Siehe auch Mori, K.
Nasu, Y., siehe Uzumasa, Y.
Navellier, P., Untersuchung veränderter Milchproben 299
Negoiu, D., siehe Popa, G.

Neish, A. O., siehe Lambert, M.
Nel, W., siehe Basson, R. A.
Nel, W. J., siehe Arndt, R. R.
Nelson, D. F., Identifikation von Glasteilchen bei forensischen Untersuchungen 160
Neu, R., Untersuchung von „Tween" 206
Neukom, H., und P. Hui, Farbreaktion von Anthron mit Uronsäuren 297
Nichols, A. V., siehe del Gatto, L.
Nichols jr., C. W., siehe Webster jr., W. W.
Nickell, E. C., siehe Privett, O. S.
Nicolaescu, V., und S. Ioan, Bestimmung von Sulfat 449
Nicolas, L., und R. Burel, Bestimmung von p-Kresol 296
Nielsch, W., Bestimmung von Kobalt mit β-Nitroso-α-naphthol 60
Nikolaeva, N. A., siehe Sokolova, N. V.
Nilova, I. S., siehe Švarc, D. M.
Nishimura, M., siehe Uzumasa, Y.
Nitsch, W. H., siehe Kaufmann, H. P.
Njegovan, V. N., und M. Kranjčevič, Über die Bestimmung der Trockensubstanz in der Milch sowie des Wassergehaltes in der Butter und des Extraktes von Wein mit wasserfreiem Natriumsulfat bzw. Infusorienerde als Verteilungsmittel 428 [Or]
Novikova, E. N., siehe Petrova, L. N.
Novoselova, A. A., siehe Mendlina, N. G.
Novoselova, A. V., siehe Čžou-Sin
Nyari, E., siehe Waltz, P.

Obrenovič, I. D., siehe Dizdar, Z. I.
Obst, K. H., und H. Malissa, Bestimmung von Wasser in metallurgischen Schlacken 315
Obtemperanskaja, S. I., siehe Terentev, A. P.
Ochanova, L. A., siehe Kuznecov, V. I.
Oehme, F., Analyse technischer Formaldehydlösungen 196. — Dielektrische Meßmethoden zur quantitativen Analyse und für chemische Strukturbestimmungen 35 [L]
Oesterling, M. J., siehe Roe, J. H.
Ohlson, R., siehe Smith, B.
Ohno, K., siehe Kuratomi, K.
Olson, T. J., siehe Farrington, P. S.
Omori, T., siehe Fukuda, T.
Onufrienok, I. P., und V. M. Aksenenko, Oxydimetrische Bestimmung von Tellur in Blei-Antimon-Tellur-Legierungen 143
Opanasenko, E. P., siehe Babenko, A. S.
Orestova, V. A., siehe Sokolova, N. V.
Orient, O., siehe Dutka, F.
van Os, L., siehe Tattje, D. E.
Ościk, J., siehe Waksmundzki, A.
Ottesen, M., siehe Bigelow, C. C.

Paaby, P. Wasserbestimmungen im Serum 218
Pachomova, K. S., und L. P. Volkova, Bestimmung von Mikrogrammengen Rhenium 451
Page, J. O., und A. B. Gainer, Bestimmung von Titan und Eisen in Titanerzen 154
Page, J. O., A. R. Machel und J. W. Ramsey, Fällung von Sulfiden mit Schwefelwasserstoff und anderen Reagentien 285
Paixao, L. M., und J. H. Yoe, Bestimmung von Magnesium, Chrom, Nickel, Kupfer und Zink in roten Blutkörperchen und in Plasma 218
Palei, P. N., siehe Rjabčikov, D. I.
Palo, V., Chromatographische Trennung und Bestimmung von freien Fettsäuren in Milcherzeugnissen 458
Palouš, R., V. Pavelka und M. Mára, Photometrische Kaliumbestimmung mit Dilitursäure 360
Pande, C. S., und T. S. Srivastava, Analytical Aspects of some Organic Acids Part VI. Direct Complexometric Titration of Iron(III) with Disodium Salt of Ethylenediaminetetra-acetic Acid (EDTA) and Indirect EDTA Titration of Zirconium and Thorium Using o- and p-Cresotic Acids as Indicators 29 [Or]
Papafil, E., M. Papafil, D. Furnică und M. Furnică, Bestimmung kleiner Mengen Kupfer 363
Papafil, M., siehe Papafil, E.
Pápay, M., siehe Mázor, L.
Paris, R., und G. Faugeras, Papierelektrophorese von Alkaloiden 213
Parker, A., siehe Booth, E.
Parker, C. A., Einfluß der Ramanspektren der Lösungsmittel auf die Fluorescenzspektren gelöster Substanzen 36
Pasovskaja, G. B., Konduktometrische Chloridbestimmung mit Quecksilbernitrat 380
Patrovský, V., Komplexometrische Yttriumbestimmung in Yttererden 52
Patton, S., siehe Day, E. A.

Patzak, R., und G. Doppler, Bestimmung von Chrom(III) und Aluminium 369
Paul, R. C., J. Singh und S. S. Sandhu, Verwendung von Benzanthron als Indicator 287. — Kristallviolett als Indicator in nichtwäßrigem Medium 287
Pavelka, V., siehe Palouš, R.
Pavlova, N. A., siehe Švedov, V. P.
Payza, A. N., und M. E. Mahon, Bestimmung von Adrenochrom im menschlichen Plasma 227
Paz-Castro, M., siehe Bermejo-Martínez, F.
Pecsok, R. L., siehe Farrington, P. S.
Pejzulaev, Š. I., siehe Karabaš, A. G.
Penceff, N. P., Mikrobestimmung von Kalium 361
Pernow, B., siehe Holmgren, A.
Perpar, M., siehe Kolšek, J.
Peters, H., Photometrische Bestimmung von Naphthalin und 1,4-naphthochinon in Rohprodukten von technischem Phthalanhydrid 197
Peterson, E. A., siehe Sober, H. A.
Petrenko, G. P., siehe Daševskij, M. M.
Petrov, A. D., siehe Jegorov, Ju. P.
Petrov, A. K., siehe Glebovskaja, E. A.
Petrova, L. N., E. N. Novikova und A. B. Skvorcova, Bestimmung von aromatischen und aliphatischen Aldehyden 384. — Bestimmung von flüchtigen Ketonen neben Aldehyden 384. — Siehe auch Bugorkova-Zeleneckaja, A. A.
Philippu, A. J., Bestimmung von reduzierenden Zuckern 77
Piazzi, M., siehe Bovalini, E.
Pickard, P. L., und F. A. Iddings, Bestimmung von Ketiminen 73
Pien, J., J. Baisse und R. Martin, Bestimmung von Diacetyl in Butter 299
Pierotti, G. T., Gaschromatographische Technik 285
Pietermaat, F., und W. van Dyck, Bestimmung des Wassergehaltes von Milchprodukten 123
Pietrzyk, D. J., siehe Fritz, J. S.
Pignard, P., siehe Gautier, J. A.
Pijanowski, E., Aschenbestimmung in Labkäse 125
van Pinxteren, J. A. C., und M. E. Verloop, Bestimmung von Adrenalin 236
Pirtea, D., und I. Albescu, Quecksilberbestimmung in Pflanzenschutzmitteln 393
Plana Eichberg, E., Bestimmung von SO_2 und SO_3 in Gemischen 377
Pleticha, R., Bestimmung von phosphoryliertem Thiamin durch Polarographie 460
Plotnikov, V. I., Trennung von Selen und Tellur 58
Pocepkina, R. N., siehe Bondarevskaja, E. A.
Podleski, T. R., siehe Strickland, R. D.
Pogorelskin, M. A., siehe Schechter, M. S.
Pohloudek-Fabini, R., siehe Brokkelt, G.; sowie Weuffen, W.
Polak, H. L., und G. den Boef, Die Anwendung von Kaliummanganat in der quantitativen Analyse. V. Die Stabilität von Kaliummanganatlösungen bei höheren Temperaturen 265 [Or]
Polčin, J., Gasvolumetrische Bestimmung von Ammoniumsalzen 376
Poluektov, N. S., siehe Kononenko, L. I.
Polukarov, A. N., Bestimmung von Selen und Tellur in Gold- und Platinschlamm 315
Pompowski, T., und E. Wiewiórowski, Bestimmung von Natrium, Kalium und Calcium in Meerwasser 301
Popa, G., D. Negoiu und Gh. Baiulescu, Bestimmung von Palladium mit Tropäolin 00 62
Popa, M., siehe Sterescu, M.
Popper, E., L. Proinov und R. Grăciuneanu, Bestimmung von Kupfer mit 2-Mercapto-5-anilino-1,3,4-thiodiazol 362
von Portatius, H., siehe Hörmann, H.
Portillo, R., siehe Santoz Ruiz, A.
Potašnik, A. A., siehe Kutepov, D. F.
Povondra, P., und Z. Šulcek, Bestimmung von Arsen als Molybdänblau in sulfidischen Materialien und Eisenerzen 156
Pratt III, S. A., siehe Sastry, T. P.
Pretorius, V., siehe Arndt, R. R., sowie Basson, R. A.
Přibil, R., und M. Kopanica, Bestimmung von Nickel in Nickelgranalien und Nickel-Eisen-Legierungen 151. — Siehe auch Vydra, F.
Priest, D. C., F. S. Sadek, J. F. Bunnett und C. N. Reilley, Chelatbildner für die komplexometrische Titration 286
Prill, E. A., und B. W. Hammer, Bestimmung von Diacetyl in Butter 298. — Siehe auch Burchfield, H. P.

Privett, O. S., und E. C. Nickell, Bestimmung organischer Peroxyde 290
Proctor, K. A., siehe Elvidge, D. A.
Proinov, L., siehe Popper, E.
Pungor, E., und I. Konkoly Thege, Flammenphotometrische Bestimmung von Strontium neben viel Calcium und Barium 48
Purkayastha, B. C., und M. Ganguly, Bestimmung von Uran in heißen Quellen 136
Purnell, J. H., Gaschromatographische Technik 285

Quentin, K. E., und J. Indinger, Bestimmung kleiner Fluormengen in Lebensmitteln und Wässern 118
Quinche, J. P., siehe Brunisholz, G.

Rabovskij, G. V., T. F. Kuznecova und V. A. Belonogova, Photometrische Vanadiumbestimmung 56
Ramsey, C. G., siehe Gray, S. J.
Ramsey, J. W., siehe Page, J. O.
Randin, M., siehe Brunisholz, G.
Rao, B. K. Sadananda, und G. S. Laddha, Schnelltitration von Kupfer 46
Rao, Ch. Bheemasankara, und V. Venkateswarlu, Analytical Application of Embelin Part I. Estimation of Uranium and Thorium and their Separation 114 [Or]
Rao, G. Gopala, Oxalate Interference in Cerimetry 195 [Or]. — Siehe auch Rao, V. Panduranga
Rao, V. Panduranga, und G. Gopala Rao, Bestimmung von Oxalsäure mit Cer(IV)-sulfat bei Zimmertemperatur unter Verwendung von Ferroïn als Indicator 75
Rauscher, K., siehe Woggon, H.
van Rede, C., Bestimmung der Ureaseaktivität in Sojaschrot 240
Rees, D. I., und W. I. Stephen, Verhalten von 4 Benzidinderivaten gegenüber Oxydationsmitteln 287
Reifenstein, R. W., siehe Gray, S. J.
Reifer, I., und K. Toczko, Colorimetrische Bestimmung von Carbaminylasparaginsäure 76
Reilley, C. N., siehe Priest, D. C.
Rein, J. E., siehe Maeck, W. J.
Repenning, K., siehe Schlubach, H. H.
Ressler, N., Auswertung von Protein-Elektropherogrammen 230
Ressler, N., und S. D. Jacobsen, Bestimmung von Proteinen 228
Réthy, B., siehe Bril, K. Y.
Rey-Mendoza, R., siehe Bermejo-Martínez, R.
Riechert, W., und M. Bruch, Bestimmung von Rest-Stickstoff nach Rappaport und Eichhorn 399
Riedler, K., und L. Schreiner, Photometrische Kaliumbestimmung mit Dipikrylamin 361
Riley, J. P., Maßanalytische Bestimmung von Calcium und Magnesium mit ÄDTA neben störenden Kationen 47
Rittenberg, D., A. S. Kespon, F. Rosenburg und R. Schoenheimer, Bestimmung von Stickstoff in Metallen nach der Isotopenverdünnungsmethode 137
Ritter, J., Extraktion von Coffein 216
Ritter, W., siehe Hänni, H.
Rjabčikov, D. I., P. N. Palei und Z. K. Michailova, Untersuchung des Systems Uran(VI)/ÄDTA 373
Rjaničeva, M. I., siehe Zvenigorodskaja, V. M.
Roberts, M. W., siehe Fennell, T. R. F. W.
Rodnight, R., siehe Smith, M. J.
Roe, J. H., M. B. Mills, M. J. Oesterling und C. M. Damron, Bestimmung von Ascorbinsäureabbauprodukten 459
Romand, J., G. Balloffet und B. Vodar, Bestimmung von Sauerstoff und Stickstoff in Titanproben mit Hilfe des Vakuumfunkens 306
Rosen, A. A., und F. M. Middleton, Nachweis von chlorierten Insecticiden in Wasser 302
Rosenberg, H., Bestimmung von organischem und anorganischem Phosphor auf Papierchromatogrammen 446
Rosenburg, F., siehe Rittenberg, D.
Rosjanov, S. P., siehe Švedov, V. P.
Rossi, C., siehe Busellu, M. A.
Roth, F. J., Bestimmung von Perthan 395
Roth, J. F., und R. J. Ellwood, Bestimmung der Oberfläche durch Verwendung eines Gaschromatographen 284
Rottová, O., und J. Zýka, Bestimmung von Peroxydisulfaten mit Hydrochinon 57
Rotzsche, H., Über Fluorchemie. IV. Gas-Flüssigkeits-Chromatographie von Fluorcarbonen 338 [Or]
Rozanova, L. N., und G. A. Kataev, Bestimmung von Kupfer- und Eisenbeimengungen in Arsen 307

Rozdział, P., siehe Trzebiałowski, W.
Rusanov, A. K., V. G. Chitrov und N. T. Batova, Bestimmung von Rb, Cs, Tl und In in Silicaten 152
Russu, C., und I. Calafeteanu, Bestimmung von Vitamin C 462
Ryčkov, R. S., siehe Mendlina, N. G.
Ryss, I. G., und B. S. Vituchnovskaja, Bestimmung von Mangan in Gegenwart von Fluoridionen 381

Sadek, F. S., siehe Priest, D. C.
Saifer, A., und A. F. Harris, Bestimmung von Phenylbrenztraubensäure im Urin 236
Sala, A. M., siehe Appleton, H. D.
Salaria, G. B. S., Schema für die qualitative Analyse von Kationen und Anionen 43
Sallee, E. M., siehe Lohman, F. H.
Salome, O., siehe Strickland, R. D.
Salwin, H., siehe Sidwell, C. G.
Salzmann, O., und G. A. Ulex, Untersuchung von Puder und Puderbestandteilen 204
Sandhu, S. S., siehe Paul, R. C.
Sant, B. R., siehe Sant, S. B.
Sant, S. B., und B. R. Sant, Reagens für die gravimetrische Bestimmung von Zirkonium 375
Santoz Ruiz, A., und R. Portillo, Bestimmung von Chlorid 206
Šára, J., siehe Berndt, W.
Saraeva, N. F., siehe Gur'ev, S. D.
Sarma, P. S. N., und M. Krishnamurthi, Bestimmung von Kaliumguajacolsulfonat in pharmazeutischen Präparaten 209
Sastry, T. P., und S. A. Pratt III, A Screened Indicator Methyl Orange with Sulfonated Copper Phthalocyanine 182 [Or]
Sato, R., siehe Kanazawa, J.
Savariar, C. P., siehe Majumdar, A. K.
Savič, I. G., siehe Vovk, V. N.
Sawicki, E., und W. Elbert, Nachweis von Fluorengruppierung 79
Sawicki, E., T. W. Stanley und T. R. Hauser, Trennung von p-Chinonen und Fluorenonen 79
Sawicki, E., T. W. Stanley, T. R. Heuser und R. Barry, Teste auf aromatische Kohlenwasserstoffe und Phenole 295
Sazonova, V. A., und V. N. Leonov, Reagens zur quantitativen Natriumbestimmung 360
Sbrzesny, H., siehe Ziegler, M.
Scharpenseel, H. W., Bericht über die Markierung organischer Präparate mit Wasserstoff-3 und Kohlenstoff-14 62
Scharrer, K., und K. Mengel, Bestimmung von Mikronährstoffen in Mikronährstoffvolldüngern 157
Schechter, M. S., M. A. Pogorelskin und H. L. Haller, Bestimmung von DDT 131
Scheinkmann, A., Trennung der Erdalkalien 368
Scherrer, A., siehe Thomann, O.
Schilling, K., Isolierung und Bestimmung partiell hydrierter Fettsäuren als Quecksilberaddukte 74
Schlögl, K., Nachweis organischer Säuren auf Papierchromatogrammen 73
Schlubach, H. H., und K. Repenning, Bestimmung des Glucose-Wertes in Glucose-Oxydase 235
Schneider, W., Bestimmung der Kohlenstoffgehalte von biologischen Substanzen 398. — Siehe auch Halász, I.
Schnurbusch, H., siehe Kaufmann, H. P.
Schober, R., N. Heimburger und D. Enkelmann, Trennung von Molkenproteinen 125
Schoberová, I., siehe Horáček, J.
Schoenheimer, R., siehe Rittenberg, D.
Schöniger, W., Erschütterungsfreie Aufstellung von Mikrowaagen 44. — Schnellbestimmung von Halogen in organischen Substanzen 383
Scholtens, C., siehe Tattje, D. H. E.
Schormüller, J., und K. Lehmann, Bestimmung von Phosphopeptiden 226
Schreiner, L., siehe Riedler, K.
Schröpl, E., siehe Wagner, G.
Schulek, E., und K. Burger, Bestimmung von freiem Jod in wäßrigen Jodbromidlösungen 59
Schulek, E., und A. Endröi-Havas, Beiträge zur Bestimmung der gebundenen und freien Kohlensäure. I. Über die mikroanalytische Bestimmung von Alkalicarbonat und Alkalihydroxyd nebeneinander 241 [Or]
Schulek, E., und L. Maros, Bestimmung von Weinsäure neben Citronensäure 293
Schulz, E. G., siehe Copeland, L. E.
Scroggie, L. E., und J. A. Dean, Bestimmung von Zink in Magnesium- und Aluminiumlegierungen 304

Seager, S. L., siehe Stewart, G. H.
Seamer, P. A., Colorimetrische Bestimmung von kleinen Mengen Eisen in Bakterienkulturen 400
Sedláček, B. A. J., Bestimmung von Propylgallat in Fetten 457
Seguin, L., siehe Francois, M.
Šelpakova, I. R., siehe Judelevič, I. G.
Sergeant, G. A., und R. Wood, Bestimmung von DDT-Rückständen in Lebensmitteln, Fetten und fetthaltigem Material 131
Serpinet, J., siehe Buzon, J.
Sewell, R. G., siehe Wendlandt, W. W.
Shanahan, C. E. A., siehe Borrowdale, J.
Shapiro, L., Photometrische Magnesiumbestimmung in Silicaten und Carbonaten 152
Sheth, P. B., siehe Haycock, R. P.
Shibata, N., siehe Kitagawa, H.
Shippy, B. A., Bestimmung von Eisen und Titan 154
Shrimal, R. L., Titration von Silber nach Volhard in kobalthaltigen Proben 364
Sidwell, C. G., H. Salwin, M. Benca und J. H. Mitchell jr., Bestimmung von Carbonylgruppen 120
van der Sijde, D., und J. de Flines, Trennung großer Mengen verdünnter Substanzen 38
Simon, H., H. Daniel und J. F. Klebe, Bestimmung des ^{14}C- und ^{4}H-Gehaltes organischer Substanzen 63
Singh, J., siehe Paul, R. C.
Sinha, A., Trennung und Bestimmung der Tabakalkaloide aus einer Mischung von Rauch- und Kautabak 214. — Papierchromatographische Bestimmung von Aminosäuren in Gewebewasser der Augen von Menschen und Kaninchen 225
Sinjakova, S. I., und N. S. Klassova, Spektrophotometrische Bestimmung von Uran 53
Sjavcillo, S. V., siehe Bondarevskaja, E. A.
Sjoerdsma, A., siehe Mitoma, C.
Skaar, O. B., und F. J. Langmyhr, Spektralphotometrische Bestimmung von Germanium 55
Skerrett, E. J., und E. A. Baker, Bestimmung des Insecticids Dieldrin 395
Škrobot, A. P., siehe Ginzburg, L. B.
Skvorcova, A. B., siehe Petrova, L. N.
Šljapočnikov, V. A., siehe Jegorov, Ju. P.
Sljusareva, R. L., siehe Karabaš, A. G.
Smith, A. I., Analyse von Adipin-, Glutar- und Bernsteinsäure-Gemischen 291
Smith, B., und R. Ohlson, Gaschromatographische Trennung von 3- und 4-Methylpenten-(1) 68
Smith, G. E., siehe Wilkins, D. H.
Smith, L. M., und N. K. Freeman, Untersuchung der Milchphosphatide 124
Smith, M. J., und R. Rodnight, Analyse der Blutthiole 228
Smith, T. E., siehe C. Mitoma
Smits, P., Bestimmung der Jodzahl 119
Smoczkiewiczowa, A., Feststellung von Steroidhormonen in Peloiden 238
Smoczkiewiczowa, A., und W. Mizgalski, Bestimmung und Abtrennung von Kobalt und Kupfer im Blut 221
Šnobl, D., siehe Večeřa, M.
Sobczynska, J., und W. Wawrzyczek, Bestimmung von Calcium und Magnesium in Milch 117
Sober, H. A., F. J. Gutter, M. M. Wykhoff und E. A. Peterson, Trennung von Molkenproteinen 125
Soczewiński, E., siehe Waksmundzki, A.
Sokolova, N. V., V. A. Orestova und N. A. Nikolaeva, Schnellbestimmung von Halogen in organischen Substanzen 383
Soos, E., Untersuchung von Digitalisblättern 211
Sosnovskaja, T. I., siehe Judelevič, I. G.
Spang, A., siehe Gebauhr, W.
Spaulding, G. H., Bestimmung von Glycin in Glycinkaliumtrioxalatochromat(III) 226
Specker, H., und E. Jackwerth, Anzahl der Solvensmolekeln in Eisen(III)-thiocyanat in organischen Lösungsmitteln 60
Sperry, W. M., und M. Webb, Bestimmung von Dihydrocholesterin 237
Srivastava, T. S., siehe Pande, C. S.
Stafford jr., C., und P. E. Toren, Analyse von Acrylnitril-Methylvinylpyridin-Mischpolymerisaten 391
Staley, H. G., und H. J. Svec, Bestimmung von Stickstoff in Metallen 137
Stanley, T. W., siehe Sawicki, E.
Starkey, R. J., Spektralphotometrische Bestimmung von Acetylaceton mit Kupfer(II)-acetat 290
Stegemann, H., Cystinreduktion als Grundlage einer einfachen Amidgruppenbestimmung für alle Proteine 233

Stein, W. H., siehe Moore, S.
Steinegger, E., siehe Kaczmarek, F.
Stephen, W. I., siehe Rees, D. I.
Stephenson, W. H., siehe Hobson, F.
Sterescu, M., S. Arizan und M. Popa, Bestimmung von Kobalt, Vitamin B_2 und Vitamin C in Tabletten und Ampullen 461. — Siehe auch Giurgea, M.
Stetter, A., und H. Exler, Bestimmung von Spuren in Pflanzen 199
Stewart, G. H., S. L. Seager und J. C. Giddings, Einfluß der Druckgradienten auf die Auflösung in der Gaschromatographie 282
Steyn, W. J. A., siehe Davidson, R. J.
St. Lorant, L., Bestimmung von Cystinresten 232
Stockdale, D., Verwendung der Formoltitration zur Ammoniakbestimmung 444
Štokalo, M. I., siehe Babko, A. K.
Stone, L. R., Ph. A. Lewis, M. T. Miller und Ch. F. Berg, Bestimmung von Furazolidon [N-(5-Nitro-2-furfuryliden)-3-amino-2-oxazolidon] in Futtermitteln 389
Stránský, Z., siehe Franc, J.
Strasheim, A., D. J. Eve und R. M. Fourie, Spektrochemische Spurenbestimmung in Pflanzen 199
Strelow, F. W. E., Trennung von Zirkonium von Titan, Eisen(III) und Aluminium 443
Stricker, F., siehe Koch, W.
Strickland, R. D., P. A. Mack, F. T. Gurule, T. R. Podleski, O. Salome und W. A. Childs, Serumproteinelektrophorese und anschließende gravimetrische Mikroanalyse 229
Strickland, R. D., T. R. Podleski, F. T. Gurule, M. L. Freeman und W. A. Childs, Farbstoffbindungskapazität von getrennten Serumproteinen 231
Ströhl, G., siehe Hartmann, H.
Studenskaja, L. S., siehe Čirkov, S. K.
Subbarow, Y., siehe Fiske, C. H.
Subbotina, E A., siehe Altšuler, O. V.
Sudô, E., siehe Gotô, H.
Šulcek, Z., siehe Povondra, P.
Sullivan, M. X., und C. F. Mijal, Colorimetrische Bestimmung von Lanthionin 292
Sulser, H., Vergleichschromatogramme beim Arbeiten mit der Rundfiltertechnik 39
Surak, J. G., siehe Moore, F. L.
Suzuki, M., Photometrische Bestimmung von Nickelspuren in Uranmetall 142. — Siehe auch Nagase, Y.
Suzuki, M., E. Nakamura und Y. Nagase, Infrarotspektroskopische Untersuchung von Lebensmittelfarbstoffen 130
Suzuki, N., Extraktion von Silberdithizonat mit Tetrachlorkohlenstoff und Chloroform 46
Suzuki, N., und S. Muroi, Extraktion von Kobaltrhodanid 61
Švangiradze, R. R., Spektralanalyse von Oxydgemischen Seltener Erden 51
Švarc, D. M., und I. S. Nilova, Spektralanalyse von Thallium höchster Reinheit 305
Švarc, E. M., siehe Bankovskij, Ju. A.
Svec, H. J., siehe Staley, H. G.
Švedov, V. P., N. A. Pavlova und M. I. Bulatov, Mitfällung von Zirkonium bei der Fällung von Cer(III)-oxalat 56
Švedov, V. P., und S. P. Rosjanov, Trennung von Dibutylphosphorsäure, Monobutylphosphorsäure und Phosphorsäure 384
Swain, M. L., siehe Willits, C. O.
Sykes, W. Y., siehe Wilzbach, K. E.
Synek, L., siehe Večeřa, M.
Szaynok, A., siehe Trzebiałowski, W.
Szmyt, M., Bestimmung der Radioaktivität von Mineralwässern 301
Szöke, F., siehe Csányi, L. J.

Tabushi, M., siehe Ishibashi, M.
Täufel, K., und R. Zimmermann, Analytische Bestimmung des Oxydationszustandes olefinischer Fette 120
Taimni, I. K., und S. N. Tandon, Abtrennung von Aluminium oder Uran von anderen Stoffen 439
Takabayashi, Y., siehe Fukasawa, T.
Takahashi, M., siehe Nakajima, T.
Taketatsu, T., siehe Misumi, S.
Taki, S., siehe Kiba, T.
Takiura, K., und K. Koizumi, Bestimmung von Blutzucker 223
Talati, A. M., siehe Dave, J. S.
Tananaev, I. V., und A. D. Vinogradova, Bestimmung von Aluminium neben Fluor mit 8-Hydroxychinolin 50
Tananaev, N. A., und A. P. Zolotuchina, Bestimmung von Silber und Chlorid 364
Tandon, S. N., siehe Taimni, I. K.

Tarasov, A. I., N. A. Kudrjavceva, A. V. Ioganson und N. I. Lulova, Chromatograph für die automatische Analyse von Kohlenwasserstoffen 201
Tarutina, L. I., Analyse von Copolymerisaten des Tetrafluoräthylens mit Trifluoräthylen 392
Tattje, D. H. E., und L. van Os, Untersuchung von Digitalisblättern 211
Tattje, D. H. E., und C. Scholtens, Colorimetrische Bestimmung von Äthyl-n-amylketon in Lavendel- und Lavandinöl 207
Taylor, V. D., siehe Haagen-Smit, A. J.
Tegge, G., und H. Bolling, Anwendung der Formoltitration bei der Eiweißbestimmung 126
Terentev, A. P., M. M. Buzlanova und S. I. Obtemperanskaja, Quantitative Acrylnitrilbestimmung 385
Terres, E., und H. H. Hahn, Untersuchung eines Druckvergasungsteeres aus südafrikanischer Steinkohle 200
Thakoor, N. R., siehe Athavale, V. T.
Thaler, H., Bestimmung von Mannan in Kaffeeaufgüssen und Extrakten 463. — Bestimmung von Phosphor in Lipoiden 234
Theal, S., siehe Forist, A. A.
Thomann, O., und A. Scherrer, Titrimetrische Bestimmung von Kohlensäure in Wasser 135
Thompson, B. A., Analyse von dünnen Metallfilmen durch Neutronenaktivierung 137
Thompson, J. F., und C. J. Morris, Bestimmung der Aminosäuren in Pflanzen 225
Thompson, J. F., C. J. Morris und R. K. Gering, Reinigung der Aminosäuren aus Pflanzen für die Papierchromatographie 224
Tobias, J., und E. O. Herreid, Bestimmung von Abbauprodukten der Ascorbinsäure in der Milch 459
Toczko, K., siehe Reifer, I.
Tomimatsu, Y., siehe Launer, H. F.
Tonhazy, N. E., N. G. White und W. W. Umbreit, Bestimmung der Glutaminoxyessigsäure-Transaminase in biologischen Flüssigkeiten 238
Toren, P. E., siehe Stafford jr., C.
Tórnoky, K. E., siehe Kovács, G. S.
Touchstone, J. C., W. J. Greene jr. und W. R. Kukovetz, Einfluß von Phosphorylchlorid auf Fluorescenz und Absorption der Oestrogene in Schwefelsäure 400
Tranchant, J., siehe Buzon, J.
Trémillon, B., Trennung von Ionen mit sehr ähnlichen Eigenschaften mittels Verdrängung von Ionenaustauschern 38
Trokowicz, J., siehe Czapliński, A.
Tropa, V., siehe Giurgea, M.
Trzebiałowski, W., A. Szaynok und P. Rozdział, Bestimmung einiger Elemente der Seltenen Erden in Thoriumdioxyd 317
Tum, J., Bestimmung des Wassergehaltes von Öl, Fett und Zucker 121
Tunnicliff, D. D., Arbeitsvorschrift zur Reinigung von Dioxan und Isooctan für UV-spektroskopische Messungen 36
Turba, F., und N. Heimburger, Automatische Registrierung bei der Bestimmung von Proteinen 125
Turowska, M., siehe Michalski, E.
Tyler, C. P., und J. H. Karchmer, Polarographische Bestimmung von in Wasser gelöstem Sauerstoff 40

Udenfriend, S., siehe Mitoma, C.
Ulex, G. A., siehe Salzmann, O.
Umbreit, W. W., siehe Tonhazy, N. E.
Unterzaucher, J., Bestimmung von Sauerstoff 57
Uzumasa, Y., M. Nishimura und Y. Nasu, Bestimmung von Bromid und Jodid in natürlichen Wässern 136. — Siehe auch Hikime, S.

Valenciano, O. A., und A. Ibarra, Untersuchung von Lebensmittelfarbstoff Amarillo 6 Sunset Yellow 130
Varde, M. S., siehe Athavale, V. T.
Vaugham, G. A., siehe Grant, D. W.
Vebersík, V., Elektrolytische und elektrochemische Abscheidung des Radiums D, Radiums E und Poloniums aus Äthylendiamintetraacetatlösung 405 [Or]
Večeřa, M., D. Šnobl und L. Synek, Bestimmung von Kohlenstoff 382
Vejvoda, E., siehe Johnson, A. J.
Velten, R. J., siehe Goldin, A. S.
Venkateswarlu, V., siehe Rao, Ch. Bheemasankara
Venturello, G., und A. M. Ghe, Rundfilterpapierchromatographie 313
Verhun, J., Bestimmung von Kupfer und Blei in Stahl und Roheisen 147
Verloop, M. E., siehe van Pinxteren, J. A. C.

Vijayvargiya, R., siehe Bose, B. C.
Vincent, D., Bestimmung der Pseudocholinesterase 239
Vinogradova, A. D., siehe Tananaev, I. V.
Vituchnovskaja, B. S., siehe Ryss, I. G.
Vodar, B., siehe Romand, J.
Vogel, J., siehe Kortüm, G., sowie Monnier, D.
Voigt, R., Bestimmung der Mutterkornalkaloide mit p-Dimethylaminobenzaldehyd 464
Volkov, Ju. M., Bestimmung der „Sulfochloridzahl" in sulfochlorierten Kohlenwasserstoffen 202
Volkova, L. P., siehe Pachomova, K. S.
Vovk, V. N., und I. G. Savič, Schnellanalyse von Stählen 308
Vovsi, B. A., und Ch. V. Baljan, Bestimmung von Kohlenstoff in Gesteinen 153
Vrátný, F., Apparatur zur Analyse von Nitraten und Stickoxyden 445
de Vries, G., M. J. Hardonk und K. H. J. Buschow, Papierchromatographische Trennung von Ba, Ca, Sr und Mg 368
Vydra, F., R. Přibil und J. Körbl, Chelatometrische Bestimmung von Eisen(III) 59
Vysockij, R. Ja., und E. G. Lifšic, Papierelektrophoretische Bestimmung von Lipoproteiden 234

Wabnitz, E., siehe Weuffen, W.
Wachsmuth, H., und L. van Koeckhoven, Reaktionen der Desosen zur Bestimmung der Glykoside 209. — Qualitative und quantitative Reaktionen von Opiumalkaloiden 215. — Photometrische Bestimmung von Coffein 216
Wadström, L. B., siehe Carlson, L. A.
Wagner, G., und E. Schröpl, Bestimmung aromatischer Mono- und Dihydroxycarbonsäuren mit 4-Aminoantipyrin 298
Wahn, J., siehe Klewska, A.
Wakamatsu, S., Bestimmung von Eisen in Nichteisenmetallen 137
Waksmundzki, A., und J. Oščik, Trennung von isomeren Nitrotoluidinen und Nitranilinen 297
Waksmundzki, A., und E. Soczewiński, Zusammenhang zwischen R_f-Wert und Verteilungskoeffizienten 285
Walker, J. T., siehe Algeri, E. J.
Walther, G., siehe Kaufmann, H. P.
Waltz, P., M. Häusermann und E. Nyari, Photometrische Bestimmung von Nicotin in Tabak und Tabakrauch 397
Ward, W. M., siehe White, J. U.
Warmuth, F. J., siehe Cheng, K. L.
Warren, G. W., J. F. Haskin, R. E. Kourey und V. A. Yarborough, Gaschromatographische Analyse der Reaktionsprodukte der Hydroformylation des Isobutens 285
Wartman jr., W. B., E. C. Cogbill und E. S. Harlow, Analyse von Zigarettenrauch 396
Waterbury, G. R., und C. F. Metz, Bestimmung von Plutonium 441
Wawrzyczek, W., siehe Sobczynska, J.
Webb, J. R., sieke Fennell, T. R. F. W.
Webb, M., siehe Sperry, W. M.
Webster jr., W. W., C. W. Nichols jr. und I. L. Chaikoff, Bestimmung von Dihydrocholesterin in Serum und Gewebe 237
Wegner, E., Untersuchung von Digitalisblättern 211
Weigel, H., siehe Bourne, E. J.
Weil, H., siehe Ellmer, R.
Weise, C. H., siehe Copeland, L. E.
Weissman, M., B. Klein und J. Berkowitz, Analyse von Harnwegkonkrementen mit der Infrarotspektroskopie 223
Wendlandt, W. W., und J. L. Bear, Thermische Zersetzung von Chloriden Seltener Erden 369
Wendlandt, W. W., und R. G. Sewell, Empfindlichkeit von Fällungsreagentien für Seltene Erden 51
Wenger, F., und K. O. Kutschke, Abtrennung und Mikrobestimmung von Formaldehyd und Methanol von überschüssigen Azoalkanen 72
Wenger, P. E., siehe Monnier, D.
West, M., siehe Appleton, H. D.
De Wet, C. R., siehe Basson, R. A.
Weuffen, W., E. Wabnitz und R. Pohloudek-Fabini, Anwendung von Glucosetestpapieren in der Arzneimittelanalyse 208
Whelan, W. J., und J. M. Bailey, Bestimmung von anorganischen Orthophosphaten mit Molybdänblau 399
White, J. U., N. L. Alpert, W. M. Ward und W. S. Gallaway, Mikrogaszelle für die Infrarotuntersuchung gaschromatographischer Fraktionen 284

White, N. G., siehe Tonhazy, N. E.
Whitney, R. McL., siehe Graham, H. D.
Wiącek, K., siehe Hubicki, W.
Wickbold, R., Trübungstitration von Alkylarylsulfonaten und Sulfobernsteinsäureester 203
Wiesner, L., Radiometrische Absorptionsanalyse 201
Wiewiórowski, E., siehe Pompowski, T.
Wilkins, D. H., Analyse von Hochtemperaturlegierungen 144. — Siehe auch Hibbs, L. E.
Wilkins, D. H. (H. D.), und L. E. Hibbs, Bestimmung von Kupfer mit Triäthylentetramin in Legierungen 138. — Analyse von Alnico-Legierungen 145
Wilkins, D. H., und G. E. Smith, Trennung von Metallen durch Anionenaustausch 38
Williams, A. T., Bestimmung von Zinn in Eisen und Stahllegierungen 309
Williams, J. P., E. E. Campbell und T. S. Magliocca, Bestimmung von Bortrioxyd im Glas 318
Willits, C. O., M. L. Swain, J. A. Connelly und B. A. Brice, Untersuchung von Nicotin 214
Willman-Johnson, B., siehe Björling, C. O.
Wilson, C. M., Bestimmung von Zuckern durch Papierchromatographie 77
Wilson, W. J., Nachweis von Konservierungsmitteln in Holz 200
Wilzbach, K. E., und W. Y. Sykes, Verbrennung organischer Präparate im geschlossenen Rohr 63
Wöhlert, W., und U. Freimuth, Bestimmung des Inulins in der Zichorienwurzel 122
Woggon, H., und K. Rauscher, Bestimmung des Vanillin und Bourbonal im Vanillin-Zucker, in Pudding- und in Soßenpulvern 300
Wolf, F., Oxydimetrische Bestimmung von Diacetyl, Berichtigung 80
Wolff, K., siehe Kala, H.
Wolfram, W. E., siehe Flaschka, H. A.
Wood, R., siehe Sergeant, G. A.
Woolford, M. H., siehe Chiccarelli, F. S.
Wotring, R. D., siehe Chang, Yi-Chung
Wroński, M., Anwendung von mercuriertem Phenolphthalein und Fluorescein in der chemischen Analyse 432 [Or]. — Bestimmung von Cyanid und Sulfid nebeneinander sowie von Cyanid allein 443
Wykhoff, M. M., siehe Sober, H. A.
Wyszyński, N., siehe Dobrowolski, J.

Yalman, R. G., W. Bruegemann, P. T. Baker und S. M. Garn, Komplexometrische Bestimmung von Calcium in Gegenwart von Phosphat 438
Yamamoto, Y., Spektralphotometrische Bestimmung von Wismut mit Perchlorsäure 56
Yanagisawa, S., und Y. Hashimoto, Spektralanalytische Bestimmung von Magnesium 438
Yarborough, V. A., siehe Warren, G. W.
Yen, J.-Y., und Y.-Sh. Liu, Phasenanalyse komplexer Kupfererze 151
Yeoman, W. B., Technik der Papierelektrophorese der Proteine 229
Yoe, J. H., siehe Paixao, L. M.
Yoshida, H., siehe Hikime, S.

Zagórski, Z., und O. Kempiński, Bestimmung von Silberspuren in Blei 305
Zagorski, Z. P., und M. Cyrnkowska, Tellurbestimmung in Legierungen bei Anwesenheit von Antimon unter Verwendung von ÄDTA 144
Zarembo, J. E., siehe Lysyj, I.
Zarnickij, S. Ch., Schwefelsäurebestimmung in den Abgasen der Schwefelsäureproduktion 135
Zebreva, A. I., und M. T. Kozlovskij, Polarographische Bestimmung von Thallium 442
Ziegler, M., und H. Sbrzesny, Die photometrische Bestimmung des Silbers als kolloidales Silbersulfid in nichtwäßriger Phase 321 [Or]
Žigalkina, T. S., siehe Čerkesov, A. I.
Zill, L. P., siehe Khym, J. X.
Zimmermann, R., siehe Täufel, K.
Žitko, M., siehe Kolšek, J.
Zolotuchina, A. P., siehe Tananaev, N. A.
Žukova, N. A., siehe Budanova, L. M.
Žuravlev, G. I., Strahlenquelle für photoelektrische Analysen 288
Zvenigorodskaja, V. M., und M. I. Rjaničeva, Bestimmung von Uran neben Fe, V, Mo und Ti 373
Zýka, J., siehe Doležal, J., sowie Michal, J., und Rottová, O.

Sachverzeichnis

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.

Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen.)

Abgase, Bestimmung von Argon 437; von Schwefelsäure in Abgasen der Schwefelsäureproduktion 135
Absorptionsanalyse, radiometrische Absorptionsanalyse 201
Acedicon, Reaktionen 215
Acenaphthen, Bestimmung in Erdöl 201; Bestimmung von Acenaphthylen in Gemischen 385
Acenaphthylen, Bestimmung im Erdöl 201; in Gemischen mit Acenaphthen 385
Acetaldehydogene Steroide, Trennung 238
Acetanilid, Bestimmung von markiertem Kohlenstoff 382
Aceton, polarographische Bestimmung 73; Bestimmung neben Aldehyden 384; Bestimmung in Luft 132; Nachweis in Toluol 284
Acetonunlösliches, Bestimmung in Pflanzenschleimen 320
Acetylaceton, Bestimmung mit Kupfer(II)-acetat 290
Acetyldihydrocodein, Reaktionen 215
Acetylenmethode, zur Bestimmung der Feuchtigkeit im Boden 314
Acrolein, Bestimmung in wäßrigem Medium 289
Acrylnitril, quantitative Bestimmung 385; Bestimmung in Elastomeren 391; in Mischpolymerisaten 391
Acrylsäure-Butadien-Copolymere, Bestimmung von Acrylsäureeinheiten 392
Acrylsäureeinheiten, Bestimmung in Elastomeren 391
Actidion, Bestimmung 217
Adenosindiphosphat, Bestimmung von Phosphor 446
Adenosintriphosphat, Bestimmung von Phosphor 399, 446
Adipinsäure, Bestimmung in Gemischen 291
Adrenalin, Mikrobestimmung 236
Adrenochrom, Bestimmung im menschlichen Plasma 227
ÄDTA-Komplexe, zur Trennung der Yttererden 371
ÄDTA-Lösung, zur Abscheidung von Radium D, E und Polonium 405
ÄDTA-Titrationen, neue Chelatbildner 286
ÄDTE (Äthylendiamintetraessigsäure), Untersuchung des Systems mit Uran(VI) 373; Reagens zur Trennung der Seltenen Erden 371; zur Bestimmung von Wismut 448; Bestimmung von Nitrilotriessigsäure 196
Äpfel, Bestimmung von Blausäure 119
Äthanol, Nachweis 284; Bestimmung 289
Äthanolaminphosphat, Bestimmung von Phosphor 446
Äthanthiol, R_f-Wert 69
Äther, Nachweis 288; Bestimmung von Sauerstoffisotopen 65
3-Äthoxybenzidin, Verhalten gegenüber Oxydationsmitteln 287
Äthoxylgruppen, Bestimmung 67; in silicium- und aluminiumorganischen Verbindungen 383
6-Äthoxy-2,2,4-trimethyl-1,2-dihydrochinolin, Bestimmung 130
Äthylacetat, Bestimmung in Luft 132
Äthyläther, Bestimmung in Luft 132
Äthylamin, Abtrennung 70
Äthyl-n-amylketon, Bestimmung in Lavendel- und Lavandinöl 207
Äthylendiamin, Bestimmung 70; Bestimmung von Kupfer neben Äthylendiamin 46
Äthylendiamintetraessigsäure, siehe ÄDTE
Äthylenglykol-bis-[β-aminoäthyläther]-N,N′-tetraessigsäure, zur Mikrobestimmung von Kupfer 363; zur Bestimmung von Kobalt 381
Äthylformiat, Nachweis 284
Äthyl-p-hydroxybenzol, Bestimmung 301
2-Äthyl-4-thiocarbamidopyridin, Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 221
Äthylvanillin, Bestimmung 300
Äthylxanthate, Einfluß auf die Fluorescenzintensität von Tetraquecksilberacetatfluorescein 434
Aklonin, Bestimmung 210
Alanin, Bestimmung im Augenwasser 225
Albumin, Bestimmung in Rinderserum 232
Aldehyde, Reaktion mit Chlorit 71; Nachweis 288; Bestimmung 209, 283; Bestimmung von aromatischen und aliphatischen Aldehyden 384; Bestimmung des Aldehydgehaltes in

Polysacchariden 72; von Sauerstoffisotopen 65; von flüchtigen Ketonen neben Aldehyden 384
Aldehydgruppen, Reaktion mit Natriumchlorit 72
Aldohexosen, Bestimmung 77
Aldopentosen, Bestimmung 77
Aldrin, Nachweis in Wasser 302
Alicyclische Kohlenwasserstoffe, Untersuchung 66
Aliphatische Kohlenwasserstoffe, Untersuchung 66
Alit, Bestimmung in Portlandzement 317
Alizarinmethode, zur Bestimmung von Fluor 118
Alkalicarbonate, Bestimmung 241
Alkalihydroxyde, Bestimmung 241
Alkalimetalle, Trennung von Zirkonium 444
Alkaloide, papierelektrophoretische Trennung 213; Bestimmung im Urin 222
Alkane, Sturkturbestimmung 68
Alkohole, Nachweis 288; Nachweis aliphatischer Alkohole durch Chemiluminescenz 288; Bestimmung 283, 284; Bestimmung von Sauerstoffisotopen 65
Alkylarylsulfonate, Bestimmung 203
Alkylbenzole, Bestimmung in Erdöl 201
Aluminium, Bestimmung mit Omegachromgrün BLL als Indicator 21; komplexometrische Bestimmung 50, 439; Bestimmung in Gemischen 369; Abtrennung von anderen Stoffen 439; von Zirkonium 443; Bestimmung neben Fluor mit 8-Hydroxychinolin 50; Bestimmung in Legierungen 140; in Hochtemperaturlegierungen 145; in Plutoniumlösungen 374; in Thallium 305; in Zirkonium 307; in Elektrolytnickel 310; Nachweis und Bestimmung in Mineralen und technischen Produkten 313; Bestimmung in Kohle und Graphit 320; Einfluß auf die Kupferbestimmung 25; auf die Vanadiumbestimmung 27; Spektralanalyse von Reinstaluminium 139; Bestimmung von Kupfer 362; von Eisen neben Aluminium 453
Aluminium-Calcium-Siliciumlegierungen, Bestimmung von Calcium 139
Aluminium-Eisenlegierungen, Bestimmung von Eisen 454
Aluminium-isopropylat, Bestimmung von Aceton 73
Aluminium-Kupfer- und -Silberlegierungen, Analyse 139
Aluminiumlegierungen, Bestimmung von Beryllium 140; von Zink 304
Aluminiumorganische Verbindungen, Bestimmung von Äthoxylgruppen 383
Aluminiumoxyd, Auflösung und Bestimmung von Beimengungen 316
Alurat, R_f-Wert 208
Amarillo 6 Sunset Yellow, Bestimmung 130
Ameisensäure, Bestimmung 209
Amethopterin, Bestimmung 462
Amidgruppen, Bestimmung in Proteinen 233
Amine, Nachweis 288; Bestimmung 283; Bestimmung primärer Amine mit o-Aminobenzaldehyd 70; Trennung von Monoaminen als 3,5-Dinitrobenzamide 70; Bestimmung sympathomimetischer Amine in Urin 222
4-Aminoantipyrin, zur Trennung von Mono- und Dihydroxycarbonsäuren 298
o-Aminobenzaldehyd, zur Bestimmung primärer Amine 70
2′-Amino-7-chlor-4,6-dimethoxy-6′-methyl-gris-2′-en-3,4′-dion, Bestimmung 199
4-Amino-N^{10}-methylpteroylglutaminsäure, Bestimmung 462
2-Aminomethylpyridin-N-N-diessigsäure, 6-Methylderivat als Chelatbildner in der Komplexometrie 286
Aminopterin, Bestimmung 462
Aminosäuren, Bestimmung in der Milch 124; Reinigung von Pflanzenaminosäuren für die Papierchromatographie 224; Bestimmung in Pflanzen 225; Bestimmung des Gesamtaminosäuregehaltes von Phosphopeptiden 226; des Verhältnisses zu Phosphorsäuren in Phosphopeptiden 226; Bestimmung im Gewebewasser der Augen von Menschen und Kaninchen 225; Bestimmung der Disulfid- und Sulfhydrylgruppen 231
2,4-DNP-Aminosäuren, Trennung von Peptiden an Polyamidsäulen 225
Aminoverbindungen, Kupferbestimmung neben Aminoverbindungen 46
Ammoniak, Nachweis 288; Formoltitration 444
Ammoniakgas, Bestimmung von Argon 437
Ammoniakherstellung, Kontrolle des umlaufenden Gases 134
Ammonium, Trennung von Zirkonium 444
Ammoniumchlorid, zur potentiometrischen Silbertitration 99
Ammoniumcitrat, Bestimmung des Kohlenstoffgehaltes 398

Ammoniumhydrogensulfid, zur Fällung von Sulfiden 285
Ammoniummolybdat, Komplexe mit Tetracyclinen zur Tetracyclinbestimmung 355
Ammoniumsalze, gasvolumetrische Bestimmung 376
Amphetamin, Bestimmung im Urin 222
Ampullen, Bestimmung von Kobalt und Vitamin C 461; von Vitamin B_{12} 462
n-Amyläthylketon, colorimetrische Bestimmung in Lavendel- und Lavandinöl 207
n-Amylamin, Abtrennung 70
Amylopektine, Bestimmung des Aldehydgehaltes 72
Amytal, R_f-Wert 208
Analyse, Schema einer Analyse von Kationen und Anionen 43; Strahlenquellen für photoelektrische Analysen 288; radiometrische Absorptionsanalyse 201; individuelle Fehlerquellen in der Mikroanalyse 281; Verwendung von Glucosetestpapieren in der Arzneimittelanalyse 208; Anwendung von Kaliummanganat 265; von Benzidin und seinen Derivaten als Indicatoren 286; von mercuriertem Phenolphthalein und Fluorescein 432; Anleitung zur qualitativen Analyse (Ellmer-Weil) 281 [L]
Anilinhydrogenphthalat, zur Bestimmung von Zuckern 77
Anionen, Schema der Analyse 43
Anleitung zur qualitativen Analyse (Ellmer-Weil) 281 [L]
Anorganisches Material, Bestimmung von Schwefelwasserstoff 449
Antazolin, zum Nachweis von Nitrat und Nitrit 445
Anthracene, Bestimmung 294; im Erdöl 201
Anthron, Reaktion mit Uronsäuren 297
Anthronreagens zur Bestimmung von Uronsäuren und Mucopolysacchariden 78
Antibiotica, Bestimmung von Thiolutin und Aureothricin 216; verschiedener Tetracycline 355; von Cyclohexamid 217
Antihistaminica, Bestimmung 210
Antimikrobiell wirksame Substanzen, Bestimmung 300
Antimon, Abtrennung von Aluminium oder Uran 439; Bestimmung in Legierungen 138; in Aluminium 139; in Thallium 305; in Weißmetall 138; in Blei 305; in Chrom 307; Einfluß auf die Selenbestimmung 179; auf die Tellurbestimmung in Legierungen 144; Bestimmung von Kupfer 362
Antimon(V), Trennung von anderen Metallen 447
Antimon-Bleilegierungen, Bestimmung von Silberspuren 305
Antimon-Blei-Tellurlegierungen, Bestimmung von Tellur 143
Antimonchlorid, Bestimmung 209
Antioxydantien, Trennung 129
Antiparkin, Bestimmung 210
Arabane, Bestimmung des Aldehydgehaltes 72
Arachinsäuremethylester, Bestimmung 351
Arginin, Bestimmung im Augenwasser 225
Argon, Bestimmung neben Sauerstoff und anderen permanenten Gasen 437; Bestimmung im Umlaufgas der Ammoniakherstellung 134
Aromastoffe, Bestimmung in der Milch 124
Aromaten, Untersuchung von monocyclischen und ankondensierten Aromaten 66; Bestimmung kondensierter Aromaten 80; Bestimmung in Erdöl 201
Arsen, Abtrennung von Aluminium oder Uran 439; Bestimmung in Legierungen 138; in Weißmetall 138; Bestimmung als Molybdänblau in sulfidischen Materialien und Eisenerzen 156; jodometrische Bestimmung im technischen Calciumarsenat 81; Einfluß auf die Selenbestimmung 179; Bestimmung von Kupfer 362; von Beimengungen an Kupfer und Eisen 307
Arsenat, Nachweis im Holz 200; Einfluß auf die Calcium- und Magnesiumbestimmung 47
Arsentrichlorid, Lösungsmittel bei der Verwendung von Benzanthron als Indicator 287; Bestimmung 287
Arzneimittelanalyse, Verwendung von Glucosetestpapieren 208
Asche, Bestimmung in Labkäse 125
Ascorbinsäure, verschiedene Bestimmungsmethoden 462; Bestimmung 209; Bestimmung in Obst und Gemüse 128; Trennung von Abbauprodukten aus der Milch 459; Stabilisierung in Extrakten von pflanzlichem Material 463; Bestimmung von Sauerstoffisotopen 65
Asparagin, Bestimmung von Kupfer neben Asparagin 46
Atarax, Untersuchung 212

Atropinähnliche Drogen, mikrochemischer Nachweis 464
Auflösung, Einfluß der Druckgradienten auf die Auflösung in der Gaschromatographie 282
Augen, Bestimmung der Aminosäuren im Gewebewasser 225
Auramin, Bestimmung 130
Aureothricin, Bestimmung 216
Austauschersäulen, transistorbestückter elektronischer Tropfenzähler 37
Azoäthan, Abtrennung 72
Azoalkane, Abtrennung von Formaldehyd und Methanol 72
Azomethan, Abtrennung 72
Azotometer, Mikroazotometer zur Stickstoffbestimmung 64

Baird-Flammenphotometer, Meßkreisänderungen 36
Bakreswar, Bestimmung von Uran in heißen Quellen von Bakreswar 136
Bakterienkulturen, Bestimmung von Eisen mit Batophenanthrolin 400
Barbital, R_f-Wert 208
Barbiturate, papierchromatographische Trennung 207
Barbitursäurederivate, Bestimmung 208
Barium, R-Wert 368; Abtrennung von Erdalkalimetallen 368; Bestimmung in Aluminium 139; in biologischem Material 160; Bestimmung kleiner Strontiummengen 48; von Bor neben Barium 49
Barium-133, Abtrennung 436
Bariumoxyd, Untersuchung 93; calorische Daten der Reaktion mit H_2 85, 86
Bariumsulfatkristalle, Wachstum 368
Basella rubra, Bestimmung des Samenöls 121
Basen, Bestimmung organischer Basen im Urin 222
Bathophenanthrolin, zur Bestimmung von Eisen 452, 453; zur Bestimmung von Eisenbakterienkulturen 400
Baumwollöl, Trennung der Tocopherole 129
Baumwollsaatöl, Bestimmung in Olivenöl 120
Belit, Bestimmung in Portlandzement 317
Benadryl, Bestimmung 210
Benzanthron, Verwendung als Säure-Basen-Indicator 287
Benzhydrol, Bestimmung von Aceton neben Benzhydrol 73
Benzhydryläther derivate, Bestimmung 210
Benzidin, Verwendung als Indicator 286
Benzidinderivate, Verhalten gegenüber Oxydationsmitteln 287
Benzidinverfahren, zur Bestimmung von Carbonylverbindungen 120
Benzine, Bestimmung verschiedener Elemente 201
Benzoesäure, Bestimmung 300; Bestimmung von markiertem Kohlenstoff 382
Benzol, Nachweis 284
Benzolhexachlorid, Nachweis in Wasser 302
Benzollösliches, Bestimmung in Pflanzenschleimen 320
Benzophenon, Bestimmung von Sauerstoffisotopen 65; von Aceton neben Benzophenon 73
Benzoylleukomethylenblau, zur Bestimmung von Peroxyden und Hydroperoxyden 67
N-Benzoyl-N-phenylhydroxylamin, zur Bestimmung und Trennung von Niob und Tantal 448
3,4-Benzpyren, Bestimmung im Rauchkammerruß 202
2-(N-Benzylanilinmethyl)imidazolin, zum Nachweis von Nitrat und Nitrit 445
Benzylchlorid, Bestimmung von markiertem Kohlenstoff 382
Benzyl-p-hydroxybenzol, Bestimmung 301
2-Benzylimidazolinhydrochlorid, Bestimmung 210
Bernsteinsäure, Bestimmung in Gemischen 291
Beryllium, kompensationsfreie, elektrometrische Titration 365; polarographische Bestimmung 365; Trennung von Zirkonium 444; Bestimmung in Aluminium 139; in Aluminiumlegierungen 140
Beryllium-Kupferlegierungen, Bestimmung von Berylliumoxyd 303
Berylliumoxyd, calorische Daten der Reaktion mit H_2 85, 86; Untersuchung 89; Bestimmung in CuBe-Legierungen 303
Beryllon II, zur Bestimmung von Berylliumoxyd in Kupfer-Berylliumlegierungen 303
Biologische Flüssigkeiten, Titration von Ca und Mg 398; Bestimmung der Drogengehalte 221; Trennung von Barbituraten 207; Bestimmung von Sorbit, Mannit und Glycerin 235
Biologische Phosphate, Bestimmung anorganischer Orthophosphate 399

Biologisches Material, Bestimmung von Metallen 286; von radioaktivem Strontium 367; von Bariumspuren 160; von Kohlenstoff 398; von Ammoniumsalzen 376; des Gesamtphosphors 399
Biopterin, Bestimmung 461
Blausäure, Bestimmung in Äpfeln 119
Blei, Bestimmung 201; mit Omegachromgrün BLL als Indicator 21; Trennung von Zirkonium 444; Bestimmung in Traubenmost oder Wein 456; in Aluminium 139; in Plutoniumlösungen 374; in Thallium 305; in Zirkonium 307; in Chrom 307; in Stahl und Roheisen 147; in Pflanzen 199; in Urin 220; Einfluß auf die Vanadiumbestimmung 27; auf die Selenbestimmung 179; Bestimmung von Silberspuren 305; von Calcium und Magnesium 142; von Antimon und Thallium 305; von Wismut neben Blei 448
Blei-Antimonlegierungen, Bestimmung von Silberspuren 305
Blei-Antimon-Tellurlegierungen, Bestimmung von Tellur 143
Bleichlorfluorid, zur Bestimmung von Fluor 379
Bleilagermetall, Analyse 138
Bleiverarbeitung, Bestimmung von Indium, Thallium und Tellur in Halbprodukten 305
Blut, Bestimmung der Sauerstoffsättigung 220; Abtrennung und Bestimmung von Kobalt und Kupfer 221; Bestimmung von Harnstoff 224; von Zucker 223; Analyse der Thiole 228
Blutkörperchen, Bestimmung verschiedener Metalle in roten Blutkörperchen 218
Blutserum, Bestimmung von Natrium 218; von Kalium 361; von Calcium 219; der Glyceride 223
Blutthiole, Analyse 228
Blutzucker, Bestimmung 223
Boden, Bestimmung der Feuchtigkeit 314; von Calcium neben Magnesium 314; von radioaktivem Strontium 367
Bodenproben, radioaktive Überwachung 42
Bohnenamylopektin, Bestimmung des Aldehydgehaltes 72
Bor, komplexometrische Bestimmung neben Barium 49; Bestimmung in Zirkonium 307; im Stahl 308; in Pflanzenmaterial 199; mit Curcumin in Pflanzen 319; Einfluß auf die Selenbestimmung 179
Borat, zur Abtrennung von Fructose-1-phosphat an Ionenaustauschern 78; Nachweis im Holz 200
Boratkomplexe, zur Trennung der Phenylosazone von Zuckern 294
Borsäure, Bestimmung in Nickelelektrolyt 312
Bortrioxyd, Bestimmung in Glas 318
Bourbonal, Bestimmung 300
Braunstein, Bestimmung 209
Brechungsindex, Bestimmung von Kohlenwasserstoffen 66
Brenzcatechin, zur photometrischen Bestimmung 376
Brenzcatechinderivate, Bestimmung von Sauerstoffisotopen 65
Brenzcatechinviolett, zur Bestimmung von Zirkonium in Salzen und Phosphoriten 155; zum Nachweis von Konservierungsmitteln in Holz 200
Brom, Nachweis 288
Bromid, Bestimmung in Wasser 136; Einfluß auf die Extraktion von Silberdithizonat 46
5-Bromisatin, Reagens auf Kohlenwasserstoffe und Phenole 295
5-Brom-7-nitroisatin, Reagens auf Kohlenwasserstoffe und Phenole 295
Bronze, Bestimmung von Kupfer 138
Brucin, zur Bestimmung von Nitrat 444
Butabarbital, R_f-Wert 208
Butadien-Acrylsäure-Copolymere, Bestimmung von Acrylsäureeinheiten 392
Butadien-Vinylpyridin-Copolymere, Bestimmung von Stickstoff 392
Butan, Nachweis 288
n-Butanol, Bestimmung in Tri-n-butylphosphat 387
tert.-Butanol, Bestimmung 289
n-Butanthiol, R_f-Wert 69
2′-n-Butoxy-7-chlor-4,6-di-methoxy-6′-methylgris-2′-en-3,4′-dion, Bestimmung 199
Butter, Bestimmung von Wasser 123, 428; von Diacetyl 298, 299
Buttergelb, Bestimmung 37, 130
n-Butylamin, Abtrennung 70
Butyldinitrophenol, Abtrennung 394
2-tert. Butyl-4-hydroxyanisol, Bestimmung 130
Butyl-p-hydroxybenzol, Bestimmung 301

Cadmium, Trennung von Zirkonium 444; Bestimmung in Legierungen 138; in Metallfilmen 137; in Aluminium 139; in Thallium 305; in Zirkonium 307; in Chrom 307; Einfluß auf die Kupferbestimmung 25; auf die Vana-

diumbestimmung 27; auf die Selenbestimmung 179; Bestimmung von Silberspuren 305; von Antimon(V) neben Cadmium 447; von Wismut neben Cadmium 448
Caesium, Bestimmung in Silicaten 152
Caesium-133, Abtrennung 437
Calcein, Indicator bei der Bestimmung von Kupfer mit Triäthylentetramin 138; bei der Calciumbestimmung 48
Calcium, R-Wert 368; manganometrische Bestimmung 367; komplexometrische Bestimmung 48; mit Omega-Chromblaugrün BL als Indicator 366; mit Glyoxal-bis(2-hydroxyanil) als Indicator 366; in Gegenwart von Phosphat 438; Bestimmung mit ÄDTA neben störenden Kationen 47; Abtrennung von Erdalkalimetallen 368; Bestimmung in Milch 117; in Meerwasser 301; in Mineralwässern 301; in Ca-Si- und Ca-Si-Al-Legierungen 139; in Aluminium 139; in Aluminiumoxyd 316; in metallischem Blei 142; in Magnesit 314; in Pflanzenmaterial 199; in Kohle und Graphit 320; Titration in biologischen Flüssigkeiten 398; Bestimmung in Blutserum 219; Einfluß auf die Kupferbestimmung 25; auf die Vanadiumbestimmung 27; Bestimmung von Magnesium neben Calcium im Boden 314; Bestimmung kleiner Strontiummengen 48
Calcium-Aluminoferrit, Bestimmung in Portlandzement 317
Calciumarsenat, jodometrische Bestimmung von Arsen 81
Calciumchlorid, Bestimmung von Magnesium 205
Calciumorthophosphat, Bestimmung von Eisen 452
Calciumoxyd, calorische Daten der Reaktion mit H_2S 85, 86; Untersuchung 90
Calciumpyrophosphat, Bestimmung von Eisen 452
Calciumsalze von Polyhydroxysäuren, Bestimmung von Magnesiumspuren 205
Calcium-Silicium-Aluminiumlegierungen, Bestimmung von Calcium 139
Calcium-Siliciumlegierungen, Bestimmung von Calcium 139
Caprinsäurealdehyd, Bestimmung 352
Caprinsäuremethylester, Bestimmung 351
ε-Caprolactam, colorimetrische Bestimmung 415
Capronsäurealdehyd, Bestimmung 352
Capronsäuremethylester, Bestimmung 351
Caprylsäurealdehyd, Bestimmung 352
Caprylsäuremethylester, Bestimmung 351
Carbaminylasparaginsäure, colorimetrische Bestimmung 76
Carbonat, Bestimmung neben Hydroxyd 241
Carbonate, Bestimmung von Magnesium 152
Carbonsäuren, Trennung von Mono- und Dihydroxycarbonsäuren 298
Carboxylendgruppen, Bestimmung in Elastomeren 392
Carnotit, Bestimmung von Uran 335
Celluloseindustrie, Bestimmung von Ammoniumsalzen 376
Cer, thermische Zersetzung des Chlorids 369; Nachweis 50; Bestimmung 440; Abtrennung 371
Cerebroside, Bestimmung in der Milch 125
Cerebrospinalflüssigkeit, Bestimmung von 2-Äthyl-4-thiocarbamidopyridin 221
Cer-Gruppe, Bestimmung von Samarium neben der Cer-Gruppe 372
Cerimetrie, Oxalatstörungen 187, 195
Ceriterden, Bestimmung 53; chromatographische Trennung 371
Cer(III)-oxalat, Mitfällung von Zirkonium bei der Fällung von Cer(III)-oxalat 56
Cetyl-Butyl-Dimethylammoniumbromid, Bestimmung 42
Cetyl-Dimethyläthylammoniumbromid, Bestimmung 42
Cetyl-Pyridiniumchlorid, Titration von Chlorid 206
Cetyl-Pyridiniumchloridlösung, zur Bestimmung von Alkylarylsulfonaten und Sulfobernsteinsäureestern 203
Cetyl-Trimethylammoniumbromid, Bestimmung 42
Chelatometrie, neue Chelatbildner 286
Chemilumineszenzindicatoren zum Nachweis aliphatischer Alkohole 288
Chinolin, Bestimmung 287
Chinolinphosphormolybdat, zur Bestimmung von Phosphor 156
Chinolinsäure, zur Bestimmung von Eisen 452
p-Chinone, Nachweis polycyclischer p-Chinone 79
Chinoxalin-2,3-dithiol, zur Bestimmung kleiner Mengen Palladium 455
Chlor, Nachweis 288; Bestimmung 201
1-(p-Chlorbenzhydryl)-4-hydroxyätho-

xyäthyl-piperazin, Untersuchung des Dichlorhydrates 212
1-(p-Chlorbenzhydryl)-4-methylbenzyl-piperazin, Untersuchung des Dichlorhydrates 212
1-(p-Chlorbenzhydryl)4-methyl-piperazin, Untersuchung des Chlorhydrates 212
p-Chlorbenzhydryl-piperazin, Eigenschaften der Derivate 212
1-(p-Chlorbenzhydryl)-4-tertiobutylbenzyl-piperazin, Untersuchung des Dichlorhydrates 212
Chlorcyclizin, Eigenschaften 212; Untersuchung 212
Chlordan, Nachweis in Wasser 302
7-Chlor-6,2′-diäthoxy-4-methoxy-6′-methylgris-2′-en-3,4′-dion, Bestimmung 199
7-Chlor-4,6′-dihydroxy-4,6-dimethoxy-2′-methylgrisan-3-on, Bestimmung 199
7-Chlor-4,6-dimethoxy-2′-methyl-grisan-3,4,6′-trion, Bestimmung 199
7-Chlor-4,6-dimethoxy-6′-methyl-2′-n-propoxygris-2′-en-3,4′-dion, Bestimmung 199
7-Chlor-6′-hydroxy-4,6-dimethoxy-2′-methylgrisan-3-on, Bestimmung 199
Chlorid, zur potentiometrischen Silbertitration 99; gravimetrische Bestimmung 364; konduktometrische Bestimmung mit Quecksilbernitrat 380; Titration in pharmazeutischen Präparaten 206; Einfluß auf die Extraktion von Silberdithizonat 46
Chlorit, Reaktion mit Aldehyd 71, 72
Chlormethylphenoxazinsäure, Abtrennung 394
Chlornitronaphthaline, Trennung 298
Chloroform, zur Extraktion von Silberdithizonat 46
Chlortetracyclin, Bestimmung 355
Chlortetracyclinhydrochlorid, Bestimmung 217
7-Chlor-4,6-4′-trimethoxy-6′-methyl-gris-3′-en-dion, Bestimmung 199
Chrom, Bestimmung mit einer Genauigkeit von 0,1% 378; Bestimmung in Metallschichten 281; in Metallfilmen 137; in Hochtemperaturlegierungen 144; in Plutoniumlösungen 374; in Zirkonium 307; in metallischem Chrom und Chromoxyd 378; im Stahl 308; in Elektrolytnickel 310; Nachweis im Holz 200; Bestimmung in Blutkörperchen und Plasma 218; Einfluß auf die Plutoniumbestimmung 441; spektralanalytische Bestimmung der Beimengungen 307; Bestimmung von Mangan neben Chrom 381
Chrom(III), Bestimmung in Gemischen 369
Chromatogrammplatten, Herstellung für die Dünnschichtchromatographie 36
Chromatograph, zur automatischen Analyse von Kohlenwasserstoffen 201
Chromatographie, Herstellung von Chromatogrammplatten für die Dünnschichtchromatographie 36; transistorbestückter, elektronischer Tropfenzähler für chromatographische Kolonnen 37
Chromatographiesäulen, Meßeinrichtung mit Zählrohr zur Untersuchung der radioaktiv indizierten Eluate von Chromatographiesäulen 37
Chromatographische Spektren, zur Identifizierung organischer Verbindungen 288
Chrommetall, Bestimmung von Chrom 378
Chromoxyd, Bestimmung von Chrom 378
Citronellol, Bestimmung 354
Citronellylacetat, Bestimmung 354
Citronensäure, Bestimmung 291; neben Weinsäure 293
Codein, Reaktionen 215
Coffein, Untersuchung 212; photometrische Bestimmung 216; Bestimmung in Kaffeeaufgüssen 216
Copolymere, Bestimmung von Stickstoff in Butadien-Vinylpyridin-Copolymeren 392; Analyse auf Tetrafluoräthylen und Trifluoräthylen 392
Crackgase, Bestimmung von Schwefelwasserstoff 390
Creme, Bestimmung von Wasser 205
Curcumin, zur Bestimmung von Bor in Pflanzen 319
Cyanide, Reaktion mit mercuriertem Phenolphthalein 434; Bestimmung allein und neben Sulfid 443; Einfluß auf die Fluorescenzintensität von Tetraquecksilberacetatfluorescein 434
Cyanursäure, Reaktionen mit mercuriertem Phenolphthalein 434; Einfluß auf die Fluorescenzintensität von Tetraquecksilberacetatfluorescein 434
Cyclohexamid, Bestimmung 217
Cyclohexanol, Bestimmung 386
Cyclohexanon, Bestimmung 386; neben Cyclohexylnitrit 386
Cyclohexylnitrit, Bestimmung von Cyclohexanon und Nitrocyclohexan neben Cyclohexylnitrit 386

Cystein, Reaktion mit mercuriertem Phenolphthalein 434; Bestimmung in Wolle 244; im Blut 228; Einfluß auf die Fluorescenzintensität von Tetraquecksilberacetatfluorescein 434
Cysteinsäure, Bestimmung in Eiweißhydrolysaten 227
Cysteinylglycin, Bestimmung im Blut 228
Cystin, Bestimmung in Wolle 244
Cystinreduktion, bei der Amidgruppenbestimmung in Proteinen 233

Dabylen, Bestimmung 210
p,p′-DDD, Nachweis in Wasser 302
DDT, Bestimmung in Lebensmitteln, Fetten und fetthaltigem Material 131; Nachweis in Wasser 302; Bestimmung von Perthan neben DDT 395
Decamethoniumsalze, Nachweis 67
Decylalkohol, Bestimmung 352
Dehydracetsäure, Bestimmung 300
Delvinal, R_f-Wert 208
Desosen, Reaktionen und Anwendung zur Bestimmung von Glykosiden 209
Desoxyribose, Bestimmung 209
Dextrane, Bestimmung des Aldehydgehaltes 72
Diabenyl, Bestimmung 210
Diacetyl, oxydimetrische Bestimmung, Berichtigung 80; Bestimmung in Butter 298, 299
Diäthanolamin, Bestimmung 70
3,3′-Diäthoxybenzidin, Verhalten gegenüber Oxydationsmitteln 287
Diäthylamin, Abtrennung 70; Bestimmung von Kupfer neben Diäthylamin 46
β-Diäthylaminoäthyl-benzhydryläther-hydrochlorid, Bestimmung 210
Diäthyldithiocarbamidsaures Natrium, Abtrennung 75
Diäthyldithiocarbaminat, Reaktion mit mercuriertem Phenolphthalein 434; Einfluß auf die Fluorescenzintensität von Tetraquecksilberacetatfluorescein 434
Dial, R_f-Wert 208
Diallylamin, Abtrennung 70
1,2-Diaminocyclohexan, Bestimmung in Hexamethylendiamin 202
1,3-Diaminocyclohexan, Bestimmung 70
1,2-Diaminocyclohexantetraessigsäure, zur Bestimmung von Kupfer mit Murexid 363
Diammoniumhydrogenphosphat, Bestimmung von Eisen 452
Di-n-amylamin, Abtrennung 70
o-Dianisidin, zur Trennung von Tocopherolgemischen 128
1,1′-Dianthrimid, zur Bestimmung von Germanium 55
Dibenzyläther, Bestimmung von Sauerstoffisotopen 65
Dibromfluorescein, Quecksilbergehalt der Quecksilberverbindungen 432
Di-n-butylamin, Abtrennung 70
2,5-Di-tert. butyl-hydrochinon, Bestimmung 130
2,6-Di-tert. butyl-p-kresol, Bestimmung 130
Dibutylphosphorsäure, papierchromatographische Abtrennung 384
Dibutylphthalat, Bestimmung der Aktivität in der Gaschromatographie 284
β-Dicalciumsilicat, Bestimmung in Portlandzement 317
Dichloranilin, Abtrennung von Trichloranilinen 386
2,6-Dichlor-p-benzochinon-4-chloramin, zur Trennung von Tocopherolgemischen 128
1,1-Dichlor-2,2-bis(p-äthylphenyl)-äthan, Bestimmung 395
5,7-Dichlorisatin, Reagens auf Kohlenwasserstoffe und Phenole 295
2,6-Dichlorphenolindophenol, zur Bestimmung von Vitamin C 462
Dichte, Bestimmung von Kohlenwasserstoffen 66
Dicodid, Reaktionen 215
Dicupral, zur Bestimmung von Kupfer 362
Dieldrin, Bestimmung 395; Nachweis in Wasser 302; Bestimmung in Regenwasser 303
Dielektrische Meßmethoden zur quantitativen Analyse und für chemische Strukturbestimmungen (Oehme) 35 [L]
Dieselkraftstoffe, Bestimmung verschiedener Elemente 201
Dieselöl, Untersuchung 201
Digitalisblätter, Untersuchung 211
Digitoxin, Bestimmung 209
Digitoxose, Bestimmung 209
Digoxin, Bestimmung 209
Di-n-hexylamin, Abtrennung 70
Dihydrocholesterin, Bestimmung in Serum und Gewebe 237
Dihydro-indanthroazin, zum Nachweis organischer Säuren auf Papierchromatogrammen 73
Dihydroxycarbonsäuren, Abtrennung 298

1,ω-Dihydroxypolyäthylenoxyde, Untersuchung der Monofettsäureester 206
1,2-Diketone, Bestimmung von Sauerstoffisotopen 65
Dilaudid, Reaktionen 215
Dilinolo-linolenin, R_f-Wert 458
Dilinolo-olein, R_f-Wert 458
Diluretat, zur Bestimmung von Kalium 45, 360
3,3′-Dimethoxybenzidin, Verhalten gegenüber Oxydationsmitteln 287
Dimethylamin, Abtrennung 70
β-Dimethylaminoäthyl-benzhydryläther-hydrochlorid, Bestimmung 210
p-Dimethylaminobenzaldehyd, Bestimmung der Mutterkornalkaloide 464
p-Dimethylaminobenzylidenrhodanin, zur Bestimmung von Silber in Blei, Antimon-Bleilegierungen und Cadmium 305
Dimethylanilin, Bestimmung 287
4,4′-(2,3-Dimethyltetramethylen)-dibrenzcatechin, Bestimmung 130
N,N-Dimethyltrimethylendiamin, Bestimmung 70
Dinatriumhydrogenphosphat, Bestimmung von Eisen 452
3,5-Dinitrobenzamide, zur Trennung von Monoaminen 70
3,5-Dinitrobenzoesäure, zur Bestimmung von Äthyl-n-amylketon 207
5,7-Dinitroisatin, Reagens auf Kohlenwasserstoffe und Phenole 295
Dinitrokresol, Abtrennung 394
2,4-Dinitrophenylaminosäuren, Trennung von Peptiden an Polyamidsäulen 225
Dinonylphthalat, Bestimmung der Aktivität in der Gaschromatographie 284
Dioleo-linolin, R_f-Wert 458
Dionin, Reaktionen 215
Dioxan, Reinigung für UV-spektroskopische Messungen 36
α,β-Dioximinoacetoacetanilid, zur Bestimmung von Nickel 62
Diphemin, Bestimmung 210
Diphenylamin, Bestimmung in Trichloräthylen 390
Diphenylaminsulfonat, als Reagens zur Bestimmung von Vanadium 159
Diphenylhydrazin, zur Bestimmung von Selen 58
Diphenylhydroxy-essigsäure-dimethylaminoäthylester-hydrochlorid, Bestimmung 210
Diphenyl-hydroxyessigsäure-β-dimethyl-aminoäthylester-N-methylbromid, Bestimmung 210
4,7-Diphenyl-1,10-phenanthrolin, zur Bestimmung von Eisen in Urin 453
N,N′-Diphenyl-p-phenylendiamin, Bestimmung 130
Dipikrylamin, zur Bestimmung von Kalium 361
Dipikrylaminat, zur Bestimmung von Kalium 45
Di-n-propylamin, Abtrennung 70
α,α′-Dipyridyl, zur Bestimmung von Vitamin C 462
Disulfidgruppen, Bestimmung in Proteinen und Aminosäuren 231
Dithizon, zur Bestimmung von Zink in Asche 219; zur Bestimmung von Spuren Kobalt 454
DNP-Aminosäuren, Trennung von Peptiden 225
Drogen, Bestimmung der Gehalte in biologischen Flüssigkeiten 221; Bestimmung von Gerbstoffen 388; von Reserpin 215
Druckgradienten, in der Gaschromatographie 282
Druckvergasungsteer, Untersuchung des Druckvergasungsteers von Steinkohle 200
Dünger, Bestimmung von Mikronährstoffen in Mikronährstoffvolldünger 157; von Ammoniumsalzen 376
Dünnschichtchromatographie, Herstellung von Chromatogrammplatten 36
Düsenkraftstoff, Untersuchung 201
Dulcin, Bestimmung neben Saccharin 211
Dysprosium, Untersuchung der Empfindlichkeit verschiedener Fällungsreagentien 51; thermische Zersetzung des Chlorids 369; Nachweis 50; Abtrennung 371; Bestimmung in Seltenen Erden 370; Bestimmung von Verunreinigungen 370

Echtgrün FCF, Bestimmung 130
Eigehalt, Bestimmung in Lebensmitteln 126
Eisen, Bestimmung von Spuren 58; von metallischem Eisen neben Fe^{II} und Fe^{III} 451; von Eisen(II) neben Eisen(III) 454; Bestimmung mit Chinolinsäure 452; mit o-Phenanthrolin oder Bathophenanthrolin 452; Bestimmung neben Aluminium 453; neben Mangan oder Zink 454; Bestimmung in verschiedenen technischen Produkten 452; in Metallschichten 281; in Metallfilmen 137; in Nichteisenmetallen 137; in Legierungen

138; in Hochtemperaturlegierungen 144; in Aluminium 139; in Plutoniumlösungen 374; in Thallium 305; in Zirkonium 307; in Arsen 307; in Eisen-Aluminiumlegierungen 454; in reinem Nickel 150; in Elektrolytnickel 311; in Titanerzen 154; in Kobaltkonzentraten 159; in Pflanzenmaterial 199; in Kohle und Graphit 320; kleiner Mengen in Bakterienkulturen mit Bathophenanthrolin 400; mit Bathophenanthrolin im Urin 453; Einfluß auf die Kupferbestimmung 25; auf die Vanadiumbestimmung 27; Bestimmung von Uran neben Eisen 53, 373; von Zinn 309; von Mangan neben Eisen 381
Eisen(II), Oxydation mit Permanganat in Gegenwart von Fluorid 110; chelatometrische Titration neben anderen Elementen 453; Trennung von Zirkonium 444; von metallischem Eisen und Eisen(III) 451, 454; Bestimmung von Wismut neben Eisen(II) 448
Eisen(III), Extraktion mit Thenoyltrifluoraceton 60; Bestimmung 31, 32; mit Kaliumrhodanid 454; komplexometrische Titration 29, 59; Abtrennung 449; von Zirkonium 443; von metallischem Eisen und Eisen(II) 451, 454; Bestimmung von Antimon(V) neben Eisen(III) 447
Eisen-Aluminiumlegierungen, Bestimmung von Eisen 454
Eisen(III)-chlorid, zur Bestimmung von Vitamin C 462
Eisenerze, Bestimmung von Arsen als Molybdänblau 156; von Vanadium 159
Eisenhüttenlaboratorium, Verwendung selbstregistrierender Spektrographen 145, 146
Eisenhydroxyde, Nachweis und Bestimmung verschiedener Metalle 313
Eisenmineralien, Nachweis und Bestimmung von Metallen 313
Eisen-Nickellegierungen, Bestimmung von Nickel 151
Eisen(III)-thiocyanat, Anzahl der koordinativ gebundenen Solvensmolekeln in organischen Lösungsmitteln 60
Eiskristalle, Bestimmung von Silberjodidkeimen 364
Eiweiß, Reaktion mit mercuriertem Phenolphthalein 434; Bestimmung durch Formoltitration 126; Einfluß auf die Fluorescenzintensität von Tetraquecksilberacetatfluorescein 434
Eiweißhydrolysate, Bestimmung von Cysteinsäure 227
Elastomere, Bestimmung von Gesamtstickstoff 392; von Vinylpyridin, Acrylnitril und Acrylsäureeinheiten 391
Elektrochemie, Lehrbuch (Kortüm) 34 [L]
Elektroden, schnell tropfende Quecksilberelektrode in der polarographischen Analyse 41; Quecksilbertropfelektrode zur Untersuchung von jodierten Röntgenkontrastmitteln 41
Elektrolytnickel, Untersuchung der Verunreinigungen 310
Elektrophorese-Diagramme, Auswertung 40
Elementaranalyse, Oxydationsvorgänge 166, 272; Markierung organischer Präparate mit Wasserstoff-3 und Kohlenstoff-14 62; Bestimmung verschiedener Elemente in Petroleumprodukten 201; Tüpfelnachweis für organisch gebundenen Kohlenstoff 63; Bestimmung des ^{14}C- und ^{3}H-Gehaltes organischer Substanzen 63; Bestimmung von Kohlenstoff in ^{14}C-markierten organischen Substanzen 382; von ^{14}C und Gesamtkohlenstoff in stickstoffhaltigen organischen Präparaten 63; Nachweis von Stickstoff im Rahmen der C-H-Bestimmung 64; Mikroazotometer zur Messung von Stickstoff 64; Bestimmung von Phosphor und Silicium in organischen Verbindungen 65; von Sauerstoffisotopen 65; von Halogenen in organischen Verbindungen 382, 383
Embelin, analytische Verwendung 114
Endrin, Nachweis in Wasser 302
Enole, Bestimmung von Sauerstoffisotopen 65
Ephedrin, Bestimmung im Urin 222
Epoxyde, Bestimmung von Sauerstoffisotopen 65
Erbium, thermische Zersetzung des Chlorids 369; Untersuchung der Empfindlichkeit verschiedener Fällungsreagentien 51; Nachweis 50; Bestimmung 440; Abtrennung 371, 372; Bestimmung in Seltenen Erden 370; Bestimmung von Verunreinigungen 370
Erdalkaliionen, radiochromatographische Trennung 437
Erdalkalioxyde, calorische Daten der Reaktionen der Oxyde mit H_2 85; mit H_2S 86
Erdgas, Bestimmung von Argon 437
Erdnußöl, Bestimmung in Olivenöl 120

Erdölprodukte, Analyse 200
Eriochromcyaninmethode, zur Bestimmung von Fluor 118
Erze, Bestimmung von Phosphor 156; von Arsen als Molybdänblau in Eisenerzen 156; von Fe und Ti in Titanerzen 154
Ester, Nachweis 288; Bestimmung von Sauerstoffisotopen 65
Eukodal, Reaktionen 215
Europium, thermische Zersetzung des Chlorids 369; Untersuchung der Empfindlichkeit verschiedener Fällungsreagentien 51; Nachweis 50; Abtrennung 371; Bestimmung in Seltenen Erden 370
Evipal; R_f-Wert 208
Extrakte, Bestimmung von Mannan 463; Bestimmung von Vitamin B_{12} 462
Extraktgehalt, Bestimmung in Wein 428

Fällungsreagentien für Seltene Erden, Empfindlichkeit 51
Farbintensität, Bestimmung von Produkten der Zuckerfabrikation 122
Farbstoffe, Bindungskapazität für Farbstoffe mit verschiedenen Proteinen 231; Bestimmung von Quecksilber in mercurierten Farbstoffen 432; Untersuchung von Lebensmittelfarbstoffen 130; Identifizierung kleiner Mengen auf Geweben 204
Faristan, Bestimmung 210
Fast Green FCF, Bestimmung 130
Fehlerquellen, in der Mikroanalyse 281
Ferroïn; Indicator bei der Bestimmung von Oxalsäure mit Cer(IV)-sulfat 75
Ferromangan, Analyse 381
Ferromolybdän, Bestimmung von Molybdän 310
Fertigerzeugnisse aus Polystyrol, Bestimmung des Monomerengehaltes 4
Fettaldehyde, papierchromatographische Untersuchung 456; Bestimmung 352
Fettalkohole, Bestimmung 352
Fettalkohol-Polyglykoläther, Trennung 203
Fette, papierchromatographische Untersuchung 456; Trennung von Gemischen synthetischer und natürlicher Triglyceride 75; Bestimmung in der Milch 124; Bestimmung des Gesamtfettgehaltes in Neutralisationspasten 319; Bestimmung des Wassergehaltes 121; Nachweis von Fremdfett in Olivenöl 120; Bestimmung des Oxydationszustandes olefinischer Fette 120; von Propylgallat 457; von DDT-Rückständen 131
Fetthaltiges Material, Bestimmung von DDT-Rückständen 131
Fettlösliches, Bestimmung in Puder und Puderbestandteilen 204
Fettsäuremethylester, Untersuchung 351
Fettsäuren, papierchromatographische Trennung gesättigter Fettsäuren 74; Isolierung und Bestimmung partiell hydrierter Fettsäuren als Quecksilberaddukte 74; Bestimmung in der Milch 39, 124; Trennung und Bestimmung in Milcherzeugnissen 458
Feuchtigkeit, Bestimmung im Boden 314. — Siehe auch Wasser
Flammenionisationsdetektor, in der Gaschromatographie 283
Flammenphotometrie, Meßkreisänderungen an einem Baird-Flammenphotometer 36
Flavonol, zur Bestimmung von Uran 441
Fleisch, Bestimmung von Nitrat 127
Flüchtige Bestandteile, Bestimmung in Koksen 320
Flüchtige Öle, Wasserdampfdestillation zur Bestimmung 44
Fluor, Nachweis 288; Bestimmung mit Hilfe des Bleichlorfluoridverfahrens 379; Bestimmung des Gesamtfluors in Tetrafluoroboraten 380; kleiner Mengen Fluor in Lebensmitteln und Wässern 118; Bestimmung von Aluminium neben Fluor mit 8-Hydroxychinolin 50
Fluorcarbone, Untersuchung durch Gasflüssigkeitschromatographie 338
Fluorchemie, Analysenmethoden 338
Fluoren, spezifische Nachweisreaktion 79
Fluorenone, Nachweis 79
Fluorescein, Anwendung von mercuriertem Fluorescein in der chemischen Analyse 432, 434; Quecksilbergehalt der Quecksilberverbindungen 433
Fluorescenzspektren gelöster Substanzen, Einfluß der Ramanspektren der Lösungsmittel auf die Fluorescenzspektren gelöster Substanzen 36
Fluorid, Oxydationen mit Permanganat in Gegenwart von Fluorid 110; Bestimmung in der Luft 132; Nachweis im Holz 200; Bestimmung von Mangan in Gegenwart von Fluoridionen 381; von Eisen neben Fluorid 453
Flußwasser, Bestimmung von Methoxychlor 303

Forensische Untersuchungen, Identifikation von Glasteilchen 160
Formaldehyd, Analyse technischer Lösungen 196; Bestimmung und Abtrennung von überschüssigen Azoalkanen 72
Formoltitration, zur Ammoniakbestimmung 444; bei der Eiweißbestimmung 126
N^{10}-Formylpteroylglutaminsäure, Bestimmung 462
Frauenmilch, Unterscheidung von Kuhmilch 39
Fremdfette, Nachweis in Olivenöl 120
Fructose, Bestimmung in Pflanzenextrakten 122
Fructose-1,6-diphosphat, Bestimmung von Phosphat 399
Fructose-1-phosphat, Abtrennung an Ionenaustauschern mit Borat als Elutionsmittel 78
Fungicide, Bestimmung von Quecksilber 394
Furazolidon, Bestimmung in Futtermitteln 389
Futtermittel, Bestimmung von Reserpin mit salpetriger Säure 388; von Furazolidon 389

Gadolinium, thermische Zersetzung des Chlorids 369; Nachweis 50; Abtrennung 372; Bestimmung in Seltenen Erden 370
Gärungsindustrie, Bestimmung von Ammoniumsalzen 376
Galle, Bestimmung von Oleandomycin 238
Gallium, Zuschläge bei der spektralanalytischen Bestimmung 374; Bestimmung in Anwesenheit von Phosphat 375; Einfluß auf die Selenbestimmung 179
Gaschromatograph, zur Bestimmung der Oberfläche 284
Gaschromatographie, Benennung verschiedener Größen 282; Einfluß der Druckgradienten auf die Auflösung 282; Einfluß des Trägermaterials und der stationären Phase auf die Retentionswerte 282; Erweiterung der Arbeitsweise 283; Aktivitätskoeffizienten verschiedener stationärer Phasen 284; Polyester als stationäre Phase 350; Flammenionisationsdetektor 283; Glühentladungsdetektor 283; Gaszelle für die infrarotspektroskopische Untersuchung von Fraktionen 284; Bestimmung der relativen Retentionswerte von 60 Substanzen 284; Gaschromatographie (Keulemans) 34 [L]
Gase, Bestimmung in Metallen 136; spektrale Analyse im Stahl 146; Bestimmung von Argon neben permanenten Gasen 437; von Sauerstoff 287
Gasgemische, Bestimmung von Kohlenmonoxyd 133
Gaszelle, für die Infrarotspektroskopie gaschromatographischer Fraktionen 284
Gelb AB, Bestimmung 130
Gelb OB, Bestimmung 130
Gelblichgrün, Bestimmung 130
Gemüse, Bestimmung von Vitamin C 128
Geraniol, Bestimmung 354
Geraniumöl, gaschromatographische Untersuchung 353, 354
Geranylacetat, Bestimmung 354
Geranylacetat-Umlagerungsprodukte, Untersuchung 354
Geranylbutyrat, Bestimmung 354
Geranylformiat, Bestimmung 354
Gerbstoffe, Bestimmung 388
Gerbstofflösungen, Untersuchung auf Aluminium und Chrom(III) 369
Germanium, Zuschläge bei der spektralanalytischen Bestimmung 375; spektralphotometrische Bestimmung 55; Einfluß auf die Selenbestimmung 179
Gesteine, Bestimmung von Kohlenstoff 153
Gewebe, Identifizierung sehr kleiner Farbstoffmengen 204; Bestimmung von Dihydrocholesterin 237
Gewebewasser von Menschen und Kaninchen, Bestimmung der Aminosäuren 225
Gips, Bestimmung in Zement 159
Glas, Bestimmung von Bortrioxyd 318
Glasteilchen, Identifikation bei forensischen Analysen 160
Globuline, Abhängigkeit der Wanderweiten vom Gesundheitszustand des Serumlieferanten 234
Glucose, Bestimmung in Pflanzenextrakten 122; Bestimmung von Sauerstoffisotopen 65
Glucoseoxydase, Bestimmung des Glucosewertes 235
Glucose-1-phosphat, Bestimmung von Phosphat 399
Glucosetestpapiere, Anwendung in der Arzneimittelanalyse 208
Glucosewert, Bestimmung in Glucoseoxydase 235
Glühentladungsdetektor, in der Gaschromatographie 283

Glutaminoxyessigsäure-Transaminase, Bestimmung in Serum und Plasma 238
Glutarsäure, Bestimmung in Gemischen 291
Glutathion, Bestimmung im Blut 228
Glyceride, Trennung aus dem Sojaöl 458; Bestimmung im Blutserum 223
Glycerin, Bestimmung der Aktivität in der Gaschromatographie 284; Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 235
Glycin, Bestimmung in Glycinkaliumtrioxalatochromat(III) 226; Bestimmung von Kupfer neben Glycin 46
Glycinkaliumtrioxalatochromat(III), Bestimmung von Glycin 226
Glycylglycin, Bestimmung von Sauerstoffisotopen 65
Glykoside, Bestimmung 209
Glyoxal-bis(2-hydroxyanil), Indicator bei der Calciumbestimmung 366
Gold, Abtrennung von Aluminium oder Uran 439; Bestimmung in seinen Legierungen mit Kupfer und Silber 303; Einfluß auf die Plutoniumbestimmung 441
Goldschlamm, Bestimmung von Selen und Tellur 315
Graphit, Bestimmung von Spurenelementen 320
Grenzflächenaktive Stoffe, papierchromatographischer Nachweis 203
Grisan-3,4′-dion, Bestimmung 199
Griseofulvin, Bestimmung in Pflanzengewebe 199
Grubenstaub, Bestimmung von Quarz 158
Guajacolsulfonat, Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 209
Guinea Green B, Bestimmung 130
L-Gulonsäure, Abtrennung aus der Milch 459
Gußproben, Untersuchung 145

Haarwaschmittel, Bestimmung von Wasser 205
Haferstroh, Bestimmung des Kohlenstoffgehaltes 398
Hafnium, Bestimmung in Zirkonium 307
Halbcystinreste, Bestimmung in Proteinen 232
Halogene, Bestimmung in organischen Verbindungen 382, 383
Halogensauerstoffsäuren, Nachweis 288
Harn, Titration von Ca und Mg 398; Bestimmung des Kohlenstoffgehaltes 398; Trennung von verschiedenen Steroiden 238; Bestimmung von Oleandomycin 238. — Siehe auch Urin
Harnsäure, Untersuchung 212
Harnstoff, Bestimmung im Blut 224
Harnwegkonkremente, Analyse 223
2. Hauptgruppe, Bestimmung von Sauerstoff an Oxyden 84
Hauttemperatur, Beeinflussung durch Puder und Puderbestandteile 204
Heizöl, Untersuchung 201; Bestimmung verschiedener Elemente 201
Hellgrün SF, Bestimmung 130
n-Heptancarbonsäure, Bestimmung in Tallöl 389
n-Heptanthiol, R_f-Wert 69
Heroin, Reaktionen 215
Heteropolysäuren, Bestimmung 209
Hexamethylendiamin, Bestimmung 70; Bestimmung von 1,2-Diaminocyclohexan 202
Hexamethylentetramin, Bestimmung 301
Hexanitritokobaltat(III), zur Fällung von Kalium 401
n-Hexanthiol, R_f-Wert 69
n-Hexylamin, Abtrennung 70
Hippursäure, Bestimmung von markiertem Kohlenstoff 382
Histidin, Bestimmung im Augenwasser 225
Hochfrequenztitration (Cruse-Huber) 35 [L]
Hochtemperaturlegierungen, Analyse auf Ni, Cr, Co, Fe, Ti, W, Mo, Nb und Ta 144; Bestimmung von Aluminium 145
Holmium, thermische Zersetzung des Chlorids 369; Untersuchung der Empfindlichkeit verschiedener Fällungsreagentien 51; Abtrennung 371, 372; Bestimmung in Seltenen Erden 370; Bestimmung von Verunreinigungen 370
Holz, Bestimmung von Wasser 158; Nachweis von Konservierungsmitteln 200
Humanserum, Analyse 232
Hydrazinsulfat, Bestimmung mit KJO_4 und $K_2Cr_2O_7$ 102
Hydrochinon, zur Bestimmung von Peroxydisulfaten 57
Hydroformylierungsprodukte des Isobutens, gaschromatographische Analyse 285
Hydroperoxyde, Bestimmung organischer Hydroperoxyde 67
Hydroxybenzoesäuren, Trennung 298
p-Hydroxybenzoesäure, Bestimmung 300

Hydroxycarbonsäuren, Bestimmung von Mono- und Dihydroxycarbonsäuren 298
8-Hydroxychinolin, zur Bestimmung von Aluminium neben Fluorionen 50; Empfindlichkeit als Reagens für Seltene Erden 51
Hydroxyd, Bestimmung neben Carbonat 241
β,β-Hydroxydipropionitril-Isooctan, zur Abtrennung aromatischer Kohlenwasserstoffe 79
Hydroxylamin, zur Bestimmung von Diacetyl in Butter 299
Hydroxyprolin, Bestimmung 226
o-Hydroxyquecksilberbenzoesäure, zur Bestimmung von Cyanid allein und neben Sulfid 443
Hypaventral, Bestimmung 210

Ilmenit, Bestimmung von Vanadium 159
Imidazolinderivate, Bestimmung 210
Imidin, Bestimmung 210
Indan, Bestimmung im Erdöl 201
Inden, Bestimmung im Erdöl 201
Indicatoren, Mischindicator aus Methylorange und sulfoniertem Kupferphthalocyanin 182; Verwendung von Benzanthron als Säure-Basen-Indicator 287; in nichtwäßriger Lösung 287; von Kristallviolett in nichtwäßrigem Medium 287; Verwendung von Benzidin als Indicator in der analytischen Chemie 286; von Benzidin als Redoxindicator 286; Verhalten von Benzidinderivaten als Redoxindicatoren 287; Nachweis aliphatischer Alkohole mit Chemilumineszenzindicatoren 288
Indium, spektrographische Bestimmung 305; Zuschläge bei der spektralanalytischen Bestimmung 374; Bestimmung in Aluminium 139; in Plutoniumlösungen 374; in Thallium 305; in Silicaten 152; Einfluß auf die Selenbestimmung 179
3-Indolylessigsäure, Bestimmung von Kupfer neben 3-Indolylessigsäure 46
Indophenol, Bestimmung 37
Infrarotspektroskopie, Mikrogaszelle für die Untersuchung gaschromatographischer Fraktionen 284
Infusorienerde, zur Bestimmung des Wassergehaltes verschiedener Stoffe 428
Injektionslösungen, Bestimmung von Vitamin B_{12} 462
Insecticide, Nachweis chlorierter Insecticide in Wasser 302; Bestimmung von Dieldrin 395
Insulin, Bestimmung 232
Integrator, Prinzip eines neuartigen nichtelektronischen Integrators mit Ziffernregistrierung 94
Inulin, Bestimmung in der Zichorienwurzel 122
Ionen, Trennung von Ionen mit sehr ähnlichen Eigenschaften an Ionenaustauschern 38
Ionenaustausch, zur Trennung von Metallen 38
Ionenaustauscher, zur Trennung von Ionen mit sehr ähnlichen Eigenschaften 38
Ipral, R_f-Wert 208
Isatin, Reagens auf Kohlenwasserstoffe und Phenole 295
Isobuten, gaschromatographische Analyse der Hydroformylierungsprodukte 285
Isobutyraldehyd, Bestimmung in Luft 132
Isoleucin, Bestimmung von Kupfer neben Isoleucin 46
Isomenthon, Bestimmung 354
Isonicotinhydrazid, Bestimmung im Serum 221
Isooctan, Reinigung für UV-spektroskopische Messungen 36
Isooctan-β,β-Hydroxydipropionitril, zur Abtrennung aromatischer Kohlenwasserstoffe 79
Isopropanol, Bestimmung von Aceton neben Isopropanol 73
Isopropyläther, Bestimmung in Luft 132

Jod, Nachweis 288; Bestimmung 201; Bestimmung von freiem Jod in wäßrigen Jodbromidlösungen 59
Jodbromidlösungen, Bestimmung von freiem Jod 59
Jodide, Reaktion mit mercuriertem Phenolphthalein 434; Bestimmung in Wasser 136; Einfluß auf die Fluorescenzintensität von Tetraquecksilberacetatfluorescein 434; auf die Extraktion von Silberdithizonat 46
Jodmethyl-Succinylcholin, Bestimmung von markiertem Kohlenstoff 382
Jodzahl, Methode zur Bestimmung 119

Käse, Bestimmung in der Milch 124; Trennung und Bestimmung der Fettsäuren 458; Bestimmung von Asche in Labkäse 125
Kaffeeaufgüsse, Bestimmung von Mannan 463; von Coffein 216
Kakao, Bestimmung des Wassergehaltes 121

Kalium, Fällung mit Natriumkobaltinitrit 401; Mikrobestimmung 361; photometrische Bestimmung mit Dipikrylamin 361; mit Dilitursäure 360; sedimetrische Bestimmung 45; als Perchlorat, Pikrat, Dipikrylaminat und Dilitурat 45; Mikrotitration als Tetraphenyloborat mit Silbernitrat 45; flammenphotometrische Bestimmung in Wein 455; Bestimmung in Meerwasser 301; in Mineralwässern 301; in Serum 398
Kaliumdichromat, zur Bestimmung von Hydrazinsulfat 102; potentiometrische Bestimmung 101
Kaliumguajacolsulfonat, Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 209
Kaliumhexacyanoferrat(II), zur Bestimmung von Kobalt 61
Kaliumjodat, zur Bestimmung von Hydrazinsulfat 102
Kaliumjodid, zur potentiometrischen Titration von Thallium(I)-acetat 100
Kaliummanganat, Anwendung in der Analyse 265
Kaninchen, Bestimmung von Drogen im Serum 221; der Aminosäure im Gewebewasser von Augen 225
Kartoffeln, Bestimmung von Zucker 122
Kationen, Schema der Analyse 43
Kationengemische, komplexometrische Bestimmung 1
Kautabak, Trennung der Alkaloide 214
Kautschuk, Bestimmung von Metallen 286
Keimfreiheit, Bestimmung in Puder und Pudergrundlagen 204
Kephaline, Bestimmung in der Milch 124, 125
Ketale, Bestimmung von Sauerstoffisotopen 65
Ketimine, Titration mit Perchlorsäure in Eisessig 73
Ketone, Bestimmung 283; Bestimmung flüchtiger Ketone neben Aldehyden 384; Bestimmung von Sauerstoffisotopen 65
Kiesabbrände, Nachweis und Bestimmung verschiedener Metalle 313
Kjeldahl-Bestimmungen, Wasserdampfdestillationsapparatur 44
Kleber, Formoltitration auf Eiweiß 126
Klinik, Bestimmung des Reststickstoffs nach Rappaport und Eichhorn für den klinischen Gebrauch 399
Knochen, Bestimmung von Calcium 439
Kobalt, Bezugselement bei spektrographischen Metallbestimmungen in Plutoniumlösungen 374; Bestimmung 461; spektralphotometrische Bestimmung mit Äthylenglykol-bis-(β-aminoäthyläther)-N,N′-tetraessigsäure 381; Bestimmung von Spuren mit Dithizon 454; kleiner Mengen mit Kaliumhexacyanoferrat(II) 61; Bestimmung mit β-Nitroso-α-naphthol 60; Trennung von Zirkonium 444; Nickel 38; Bestimmung in Metallschichten 281; in Hochtemperaturlegierungen 144; in Aluminium 139; in Thallium 305; in Zirkonium 307; in reinem Nickel 150; in Elektrolytnickel 311; Nachweis und Bestimmung in Mineralien und technischen Produkten 313; Bestimmung in Kobaltkonzentraten 159; in Dünger 157; in Pflanzen 199; in Ampullen 361; Bestimmung und Abtrennung im Blut 221; Einfluß auf die Kupferbestimmung 25; auf die Vanadiumbestimmung 27; Bestimmung von Uran neben Kobalt 53; von Antimon(V) neben Kobalt 447
Kobalthaltige Proben, Titration von Silber nach Volhard 364
Kobaltkonzentrate, Bestimmung von Fe, Cu und Co 159
Kobaltlegierungen, Bestimmung von Niob und Wolfram 148
Kobaltrhodanid, Extraktion 61
Kohle, Bestimmung von Wasser 158; von Spurenelementen 320; von Metallen 286; Untersuchung des Druckvergasungsteeres südafrikanischer Steinkohle 200
Kohlendioxyd, Verteilung der Sauerstoff-18-Isotope 57
Kohlenhydrate, Wanderweiten in der Papierionophorese 77
Kohlenmonoxyd, Bestimmung in Gasgemischen 133
Kohlensäure, Bestimmung der gebundenen und freien Kohlensäure 241; Bestimmung in Wasser 135
Kohlenstoff, Bestimmung in Elektrolytnickel 310; in Gesteinen 153; Wirksamkeit der Oxydationsschicht bei der Bestimmung nach Pregl 166; Tüpfelnachweis für organisch gebundenen Kohlenstoff 63; Bestimmung in Kohlenwasserstoffen 66; in ^{14}C-markierten organischen Substanzen 382; von Gesamtkohlenstoff und ^{14}C in stickstoffhaltigen organischen Präparaten 63; Bestimmung in biologischen Substanzen 398
Kohlenstoff-14, zur Markierung organischer Präparate 62; Messung 375;

Bestimmung in organischen Substanzen 63
Kohlenstoffketten, Bestimmung von Methylengruppen in Kohlenstoffketten mit mehr als 4 Kohlenstoffatomen 383
Kohlenstoff-Wasserstoff-Bestimmung, qualitativer Nachweis von Stickstoff bei der C,H-Bestimmung 64
Kohlenteeröle, Abtrennung und Charakterisierung von Kohlenwasserstoffen 79
Kohlenwasserstoffe, Strukturanalyse 66; automatische Analyse 201; Untersuchung gesättigter Kohlenwasserstoffe 284; Bestimmung 283; Teste auf aromatische Kohlenwasserstoffe 295; Trennung aromatischer Kohlenwasserstoffe durch Gegenstromverteilung 79; Trennung der isomeren aromatischen Kohlenwasserstoffe 79; Trennung halogenierter Kohlenwasserstoffe 284; Bestimmung der Sulfochloridzahl in sulfochlorierten Kohlenwasserstoffen 202
Kohlenwasserstoffgase, Bestimmung von Schwefelwasserstoff 390
Kohlenwasserstoffgemische, spektralphotometrische Untersuchung im nahen Infrarot 66
Kokereiprodukte, Bestimmung von Vanadium 159
Kokosfett, Bestimmung in Olivenöl 120
Koks, Bestimmung der flüchtigen Bestandteile 320
Komplexometrie, neue Chelatbildner 286
Kondensmilch, Bestimmung von Wasser 123
Konkremente, Analyse von Harnwegkonkrementen 223
Konservierungsmittel, Bestimmung in Holz 200
Kreislaufgas, Bestimmung von Argon in Ammoniakkreislaufgas 437
p-Kresol, colorimetrische Bestimmung 296
Kresolisomere, Trennung 296
Kresolsäuren, Indicatoren bei der komplexometrischen Titration von Eisen(III), Zirkonium und Thorium 29
Kristallviolett, als Indicator in nichtwäßrigem Medium 287
Kuhmilch, Unterscheidung von Frauenmilch 39
Kunstharze, Identifikation 390
Kupfer, Reaktion mit Tetraäthylthiuramdisulfid 362; gravimetrische Bestimmung kleiner Mengen 363; spektralphotometrische Mikrobestimmung mit Äthylenglykol-bis-[β-aminoäthyläther]-N,N′-tetraessigsäure 363; Schnelltitration 46; Titration mit Murexid als Indicator 1; Bestimmung mit Omegachromgrün L als Reagens 21, 23; mit Triäthylentetramin 138; mit 2-Mercapto-5-anilino-1,3,4-thiodiazol 362; mit 1,2-Diaminocyclohexantetraessigsäure und Murexid als Indicator 363; Abtrennung 38; Trennung von Zirkonium 444; Bestimmung in Anwesenheit von Aminoverbindungen 46; Trennung von Nickel 38; Bestimmung in Legierungen 138; in Metallfilmen 137; in Weißmetall 138; in Zn, Al, Hg, W, Sn, Mn, As und Sb 362; in Aluminium 139; in Plutoniumlösungen 374; in Thallium 305; in Zirkonium 307; in Arsen 307; in Stahl und Roheisen 147; in Elektrolytnickel 311; Nachweis und Bestimmung in Mineralien und technischen Produkten 313; Bestimmung in Kobaltkonzentraten 159; in Dünger 157; in Pflanzenmaterial 199; Nachweis in Holz 200; Bestimmung und Abtrennung im Blut 221; Bestimmung in Blutkörperchen und Plasma 218; Bestimmung von Uran neben Kupfer 53; von Antimon(V) neben Kupfer 447; kleiner Selengehalte in Kupfer 175
Kupfer(II)-acetat, zur Bestimmung von Acetylaceton 290
Kupfer-Aluminiumlegierungen, Analyse 139
Kupfer-Berylliumlegierungen, Bestimmung von Berylliumoxyd 303
Kupferchromat, Nachweis im Holz 200
Kupfererze, Phasenanalyse komplexer Kupfererze 151
Kupferlegierungen, Bestimmung von Gold 303
Kupferoxyd, Rohrfüllung in der Elementaranalyse 273
Kupferron, Empfindlichkeit als Fällungsreagens für Seltene Erden 51

Labkäse, Bestimmung von Asche 125
Lactobacillus fermenti 36, zur Bestimmung von Thiamin 460
Lactone, Bestimmung von Sauerstoffisotopen 65
Lagermetall, Analyse 138
Lanthan, thermische Zersetzung des Chlorids 369; Nachweis 50; Bestimmung 440; Abtrennung 371; als

ÄDTA-Komplex 372; Bestimmung in Seltenen Erden 370
Lanthionin, Bestimmung 292
Laurinaldehyd, Bestimmung 352
Laurinsäuremethylester, Bestimmung 351
Laurylalkohol, Bestimmung 352
Lauryl-butyl-dimethylammoniumbromid, Bestimmung 42
Lauryl-pyridiniumchlorid, Bestimmung 42
Laurylsulfat, Bestimmung von Natriumlaurylsulfat 396
Lauryl-trimethyl-ammoniumbromid, Bestimmung 42
Lavandinöl, Bestimmung von Äthyl-n-amylketon 207
Lavendelöl, Bestimmung von Äthyl-n-amylketon 207
Lebensmittel, Bestimmung von Fluor 118; des Eigehaltes 126; von DDT-Rückständen 131
Lebensmittelfarbstoffe, infrarotspektroskopische Untersuchung 130; Bestimmung von gelben Lebensmittelfarbstoffen 130; von grünen Lebensmittelfarbstoffen 130
Leberextrakte, Bestimmung von Vitamin B_{12} 462
Lecithin, Bestimmung in der Milch 124, 125; in Pflanzenschleimen 320
Legierungen, Analyse von Hochtemperaturlegierungen 144; von Cu-Al- und Ag-Al-Legierungen 139; Bestimmung von Nebenbestandteilen 286; von Aluminium in Hochtemperaturlegierungen 145; von Al, Ti, Ni 140; von Tellur in Anwesenheit von Antimon 144
Lehrbuch der Elektrochemie (Kortüm) 34 [L]
Leinöl, Bestimmung in Olivenöl 120
Leucin, Bestimmung im Augenwasser 225
Leucopterin, Bestimmung 462
Leucovorin, Bestimmung 462
Light Green SF Yellowish, Bestimmung 130
Linalool, Bestimmung 354
Linolaldehydhydrazone, Trennung 457
Linolenaldehydhydrazone, papierchromatographische Trennung 457
Linolensäuremethylester, Bestimmung 351
Linolsäuremethylester, Bestimmung 351
Lipoide, Bestimmung von Phosphor 234
Lipoproteide, papierelektrophoretische Bestimmung 234
Lipoproteine, Bestimmung im Serum 234
Liquor, Titration von Ca und Mg 398
Lithium, Bestimmung in Mineralwässern 301
Lithiumtetra-p-tolyloborat, zur Bestimmung von Natrium 360
Lobelia inflata, Trennung der Alkaloide 213
Lobinalin, Abtrennung 213
Lösungen, Verhalten der schnell tropfenden Quecksilberelektrode bei der Sauerstoffbestimmung in Lösungen 41; Abtrennung von Strontium-90 367; Bestimmung von Reserpin 215
Lösungsmittel, Einfluß der Ramanspektren auf die Fluorescenzspektren gelöster Substanzen 36
Longifen, Untersuchung 212
Luft, Apparatur zur Analyse verschmutzter Luft 132; Nachweis von Verunreinigungen 288; Bestimmung von Argon 437; von Schwefelwasserstoff 449; von Fluorid 132; von Methan 133; Nachweis von Phosgen 133; aromatischer Kohlenwasserstoffe 296
Luftfilter, radioaktive Überwachung 42
Lutetium, thermische Zersetzung des Chlorids 369
Lymphoblasten, Bestimmung von Sorbit, Mannit und Glycerin in Mäuse-Lymphoblasten 235

Mäuse, Bestimmung von Sorbit, Mannit und Glycerin in den Lymphoblasten 235
Magnesit, Bestimmung von MgO und SiO_2 314
Magnesium, spektralanalytische Bestimmung 438; R-Wert 368; komplexometrische Bestimmung 48; komplexometrische Titration mit Omega-Chromblaugrün BL als Indicator 366; Bestimmung mit ÄDTA neben störenden Kationen 47; Abtrennung von Erdalkalimetallen 368; von Zirkonium 444; Bestimmung in Milch 117, 123; in Aluminium 139; in Plutoniumlösungen 374; in Thallium 305; in Zirkonium 307; in metallischem Blei 142; in Elektrolytnickel 311; in Silicaten und Carbonaten 152; neben Calcium im Boden 314; Bestimmung in Calciumchlorid 205; in Aluminiumoxyd 316; in Kohle und Graphit 320; in Pflanzenmaterial 199; von Spuren in Natrium- und Calciumsalzen von Polyhydroxysäuren 205; Titration in biologischen Flüssigkeiten 398; Bestimmung in Blutkörperchen und

Plasma 218; Einfluß auf die Kupferbestimmung 25; auf die Vanadiumbestimmung 27
Magnesiumlegierungen, Bestimmung von Zink 304
Magnesiumoxyd, calorische Daten der Reaktion mit H_2 85, mit H_2S 86; Untersuchung 89; Bestimmung in Magnesiumtrisilicat und calciniertem Magnesit 314
Magnesiumtrisilicat, Bestimmung von MgO und SiO_2 314
Maismehl, Formoltitration auf Eiweiß 126
Maisöl, Bestimmung in Olivenöl 120; Trennung der Tocopherole 129
Maisquellwasser, Formoltitration auf Eiweiß 126
Malachitgrün, Bestimmung 130
Mangan, Reduktion von Manganat mit zweiwertigem Mangan 103; Abtrennung 38; Bestimmung in Gegenwart anderer Metalle 381; Trennung von Zirkonium 444; Bestimmung in Gegenwart von Fluoridionen 381; Bestimmung in Metallschichten 281; in Legierungen 138; in Aluminium 139; in Thallium 305; in Zirkonium 307; im Stahl 308; in Elektrolytnickel 311; Nachweis und Bestimmung in Mineralien und technischen Produkten 313; Bestimmung in Dünger 157; in Pflanzen 199; in Pflanzenmaterial 199; Einfluß auf die Kupferbestimmung 25; auf die Calcium- und Magnesiumbestimmung 47; auf die Plutoniumbestimmung 441; Bestimmung von Kupfer 362; von Eisen neben Mangan 454
Manganat, Anwendung in der Analyse 265; Reduktion mit Wasserstoffperoxyd 103; Stabilität eines Gemisches mit Permanganat 268; Stabilität neben Mangandioxyd 268; Stabilität in Gegenwart von Tellursäure in alkalischer Lösung 267
Manganatlösungen, Stabilität bei höheren Temperaturen 265; Oxydation mit Manganatlösungen 103, 421
Mangandioxyd, Stabilität von Manganat neben Mangandioxyd 268; Bestimmung von Vanadium 159
Manganoxyd, Bestimmung im Stahl 149
Mangan-Titanlegierungen, Bestimmung von Sauerstoff 136
Mannan, Bestimmung in Kaffeeaufgüssen und Extrakten 463
Mannit, Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 235
Mebaral, R_f-Wert 208
Meerwasser, Bestimmung von Kalium, Natrium und Calcium 301
Menschen, Bestimmung verschiedener Metalle in roten Blutkörperchen und Plasma 218; von Drogen im Serum 221; der Aminosäuren in Gewebewasser von Augen 225; von Adrenochrom im Plasma 227
Mercaptane, Bestimmung 43; Trennung 69
2-Mercapto-5-anilino-1,3,4-thiodiazol, Bestimmung von Kupfer 362
Mercaptobenzthiazol, Reaktionen mit mercuriertem Phenolphthalein 434; Einfluß auf die Fluorescenzintensität von Tetraquecksilberacetatfluorescein 434
3-Mercaptobuttersäure, R_f-Wert 69
8-Mercaptochinolin, zur Bestimmung von Molybdän 378
2-Mercaptoessigsäure, R_f-Wert 69
3-Mercaptopropionsäure, R_f-Wert 69
Mercaptosäuren, Trennung 69
Mercazol, Bestimmung 210
Messing, Analyse von Sondermessing 138; Bestimmung von Kupfer 138
Metalle, Trennung durch Anionenaustausch 38; Bestimmung in organischen Produkten 286; Bestimmung von Gasen 136; von Stickstoff 137
Metallfilme, Analyse durch Neutronenaktivierung 137
Metallschichten, Spektralanalyse dünner Metallschichten 281
Metallurgische Schlacken, Bestimmung von Wasser 315
Metaphosphorsäure, als analytisches Reagens 286
Methan, Bestimmung in Luft 133; im Umlaufgas der Ammoniakherstellung 134
Methanol, Bestimmung 289; Bestimmung und Abtrennung von überschüssigen Azoalkanen 72
Methanthiol, R_f-Wert 69
Methiazol, Bestimmung 210
Methionin, Bestimmung im Augenwasser 225
Methopterin, Bestimmung 462
3-Methoxybenzidin, Verhalten gegenüber Oxydationsmitteln 286
Methoxychlor, Nachweis in Wasser 302; Bestimmung in Flußwasser 303
5-Methoxyisatin, Reagens auf Kohlenwasserstoffe und Phenole 295
Methoxylgruppen, Bestimmung 67
N(n-Methoxyphenyl)-β-naphthochinaldinchlorid, zum mikrokristallosko-

pischen Nachweis von Peroxydisulfationen 57
Methyl-Äthylketon, Bestimmung neben Aldehyden 384; Bestimmung in Luft 132
Methylal, Abtrennung 72
Methylamin, Abtrennung 70
Methylcellulose, Bestimmung von Mikrogrammengen 200
6-Methylderivat der 2-Aminomethylpyridin-N-N-diessigsäure, Chelatbildner in der Komplexometrie 286
Methylengruppen, Bestimmung in offenen Kohlenstoffketten 383
Methylformiat, Abtrennung 72
Methyl-p-hydroxybenzol, Bestimmung 301
2-Methyl-8-hydroxychinolin, Empfindlichkeit als Fällungsreagens für Seltene Erden 51
5-Methylisatin, Reagens auf Kohlenwasserstoffe und Phenole 295
Methylmercaptan, Reaktion mit mercuriertem Phenolphthalein 434; Einfluß auf die Fluorescenzintensität von Tetraquecksilberacetatfluorescein 434
1-Methyl-2-mercapto-imidazol, Bestimmung 210
1-Methylnaphthalin, Abtrennung aus Kohlenwasserstoffgemischen 79
Methyl-Nonylacetaldehyd, Bestimmung 352
Methyloleat, Bestimmung von Hydroperoxyden in autoxydiertem Methyloleat 290
Methylorange, Mischindicator aus Methylorange und sulfoniertem Kupferphthalocyanin 182
Methylpentene, gaschromatographische Trennung von 3- und 4-Methylpenten(1) 68
9-Methyl-2,3,7-trihydroxy-6-fluoron, zur Bestimmung von Titan 443
Methylvinylpyridin, Bestimmung in Mischpolymerisaten 391
Mikroanalyse, individuelle Fehlerquellen 281
Mikroazotometer, zur Messung von Stickstoff 64
Mikronährstoffe, Bestimmung in Mikronährstoffvolldünger 157
Mikroskop, Schmelzpunktspolarisationsmikroskop 43
Mikrowaagen, erschütterungsfreie Aufstellung von Mikrowaagen 44
Milch, Untersuchung veränderter Milchproben 299; Unterscheidung von Frauenmilch und Kuhmilch 39; Bestimmung der Trockensubstanz 428; von Wasser 123; des Wassergehaltes kondensierter Milch 121; von Magnesium 123; von Calcium und Magnesium 117; Abtrennung der Abbauprodukte von Ascorbinsäure 459
Milcherzeugnisse, Trennung der Fettsäuren 458
Milchfett, Bestimmung 124
Milchphosphatide, Untersuchung 124
Milchprodukte, Untersuchung durch Gaschromatographie 124; Bestimmung von Wasser 123
Mineralien, Bestimmung von Phosphor 156
Mineralwässer, flammenphotometrische Untersuchung 301; Bestimmung von Radioaktivität 301
Molekulargewicht, Bestimmung von Kohlenwasserstoffen 66
Molkenproteine, Trennung 125
Molrefraktion, Bestimmung von Kohlenwasserstoffen 66
Molvolumen, Bestimmung von Kohlenwasserstoffen 66
Molybdän, colorimetrische Mikrobestimmung 450; Bestimmung nach Reduktion mit Amalgamen 450; Bestimmung mit Thiooxin 378; komplexometrische Bestimmung 379; Abtrennung von Aluminium oder Uran 439; Bestimmung in Metallfilmen 137; in Hochtemperaturlegierungen 144; in Aluminium 139; in Plutoniumlösungen 374; in Zirkonium 307; im Stahl 308, 310; in niedriglegierten Stählen 149; in Dünger 158; in Pflanzen 199; Bestimmung von Uran neben Molybdän 53, 373
Molybdänblau, zur Bestimmung von Arsen in sulfidischen Materialien und Eisenerzen 156
Molybdat, zur Trennung von Technetium-99 und Uran-235 450
Molybdatokieselsäure, zur Bestimmung von Silicium 55
Monazit, Bestimmung von Thoriumdioxyd 153; von Uran 335
Monazitkonzentrate, Bestimmung von Thorium 153
Monoamine, Trennung als 3,5-Dinitrobenzamide 70
Monobutylphosphorsäure, papierchromatographische Abtrennung 384
Monofettsäureester der 1,ω-Dihydroxypolyäthylenoxyde, Untersuchung 206
Monohydroxycarbonsäuren, Abtrennung 298
Monomere, Bestimmung in Polystyrol 4
Monophosphat, Bestimmung 447

Morphin, Reaktionen 215
Mucopolysaccharide, Bestimmung mit Anthronreagens 78
Murexid, Indicator bei der Bestimmung von Kupfer mit 1,2-Diaminocyclohexantetraessigsäure 363; bei der komplexometrischen Titration von Zink und Kupfer 1
Mutterkornalkaloide, Bestimmung mit p-Dimethylaminobenzaldehyd 464
Myristinsäuremethylester, Bestimmung 351
Myristylalkohol, Bestimmung 352

Naphthalin, Nachweis 288; Abtrennung aus Kohlenwasserstoffgemischen 79; Bestimmung in Rohprodukten von Phthalanhydrid 197; Bestimmung von Phthalsäure in den Oxydationsprodukten 197
Naphthaline, Bestimmung im Erdöl 201
Naphthene, Strukturbestimmung 68
Naphthisatine, Reagens auf Kohlenwasserstoffe und Phenole 295
1,4-Naphthochinon, Bestimmung in Rohprodukten von Phthalanhydrid 197
Naphthole, Bestimmung von α- und β-Naphtholen nebeneinander 294
Naphtholgelb S, Bestimmung 130
α-Naphtholphthalein, Indicator bei der Bestimmung von Kohlensäure in Wasser 135
2-(Naphthyl-1′-methyl)imidazolinhydrochlorid, Bestimmung 210
Natrium, neues Reagens zur Bestimmung 360; komplexometrische Bestimmung 44; flammenphotometrische Bestimmung in Wein 455; Bestimmung in Meerwasser 301; in Mineralwässern 301; im Blutserum 218; Abtrennung von diäthyldithiocarbamidsaurem Natrium 75
Natriumchlorit, Reaktion mit Aldehydgruppen 72
Natriumdiacetat, Bestimmung 301
Natriumdihydrogenphosphat, Bestimmung von Eisen 452
Natriumhydrogensulfid, zur Fällung von Sulfiden 285
Natriumkobaltinitrit, zur Fällung von Kalium 401
Natriumlaurylsulfat, colorimetrische Bestimmung 396
Natriumsalze von Polyhydroxysäuren, Bestimmung von Magnesiumspuren 205
Natriumsulfat, zur Bestimmung des Wassergehaltes in verschiedenen Stoffen 428
Natriumsulfit, Bestimmung 300
Natriumtriphosphat, Bestimmung von Eisen 450
Nebenprodukte, Bestimmung chlorierter Nebenprodukte in pharmazeutischen Präparaten 205
Neodym, thermische Zersetzung des Chlorids 369; Nachweis 50; Bestimmung 440; Abtrennung 371; Bestimmung in Seltenen Erden 370; Bestimmung von Verunreinigungen 370
Neonal, R_f-Wert 208
Nerol, Bestimmung 354
Neutralisationspasten, Untersuchungsmethoden 319
Nichteisenmetalle, Bestimmung kleiner Eisengehalte 137
Nichtphosphatide, Bestimmung in der Milch 125
Nichtwäßrige Lösungen, Verwendung von Quecksilber(II)-acetat als Reagens 42
Nickel, Bestimmung als α,β-Dioximinoacetoacetanilid 62; Trennung von Kupfer und Kobalt 38; Trennung von Zirkonium 444; Bestimmung in Metallschichten 281; in Metallfilmen 137; in Legierungen 138, 140; in Hochtemperaturlegierungen 144; in Aluminium 139; von Spuren in Uranmetall 142; Bestimmung in Plutoniumlösungen 374; in Thallium 305; in Zirkonium 307; im Stahl 308; in Nickelgranalien und Nickeleisenlegierungen 151; Nachweis und Bestimmung in Mineralien und technischen Produkten 313; Bestimmung in Pflanzen 199; in Blutkörperchen und Plasma 218; Einfluß auf die Kupferbestimmung 25; auf die Vanadiumbestimmung 27; Bestimmung der Verunreinigung in Elektrolytnickel 310; von Kobalt und Eisen 150
Nickel-Eisenlegierungen, Bestimmung von Nickel 151
Nickelelektrolyt, Bestimmung von Borsäure 312
Nickelgranalien, Bestimmung von Nikkel 151
Nicotin, Bestimmung in Tabak 214; in Tabak und Tabakrauch 397
Niob, Abtrennung 448; Bestimmung in Hochtemperaturlegierungen 144; in Tantal-Nioblegierungen 143; in Stählen und Kobaltlegierungen 148; Reinigung von beigemengtem Titan 377
Nioblegierungen, Bestimmung von Sauerstoff 137

Niob-Tantallegierungen, Bestimmung von Niob 143
Nipagin, Bestimmung von Vitamin B_{12} neben Nipagin 462
Nitranilin, Trennung 297
Nitrat, Nachweis geringer Mengen 445; Bestimmung mit Brucin 444; Bestimmung in Fleisch und Pökellaugen 127; Einfluß auf die Extraktion von Silberdithizonat 46
Nitrate, Apparatur zur Analyse 445
Nitrilotriessigsäure, Bestimmung in Äthylendinitrotetraessigsäure 196
Nitrit, Nachweis geringer Mengen 445
Nitrocellulosetreibstoffe, Bestimmung von Nitroglycerin und Pentaerythrittrinitrat 393
Nitrochlornaphthaline, Trennung 298
Nitrocyclohexan, Bestimmung neben Cyclohexylnitrit 386
Nitrofuranderivate, Bestimmung im Serum 221
N-(5-Nitro-2-furfuryliden)-3-amino-2-oxazolidon, Bestimmung in Futtermitteln 389
Nitroglycerin, Bestimmung in Nitrocellulosetreibstoffen 393
5-Nitroisatin, Reagens auf Kohlenwasserstoffe und Phenole 295
β-Nitroso-α-naphthol, zur Bestimmung von Kobalt 60
Nitrotoluidine, Trennung 297
Nitroverbindungen, Bestimmung von Sauerstoffisotopen 65
n-Nonanol, Bestimmung 354
Novomina, Bestimmung 210

Oberfläche, Bestimmung mit Hilfe eines Gaschromatographen 284
Oberflächenaktive Substanzen, Bestimmung in Peloiden 318
Obst, Bestimmung von Vitamin C 128
Octylalkohol, Bestimmung 352
Öle, Untersuchungsmethoden 319; Bestimmung des Samenöls von Basella rubra 121; Bestimmung des Wassergehaltes 121; Trennung der Tocopherole 129
Ölkoks, Bestimmung von Vanadium 159
Ölsäuremethylester, Bestimmung 351
Önanthsäurealdehyd, Bestimmung 352
Oestradiol, Einfluß von Phosphorylchlorid auf die Fluorescenz 400
Oestrogene, Einfluß von Phosphorylchlorid auf Fluorescenz und Absorption 400
Oestron, Einfluß von Phosphorylchlorid auf die Fluorescenz 400
Oleandomycin, Bestimmung in Galle und Harn 238
Olefine, Bestimmung in Erdöl 201
Oleo-linolo-linolenin, R_f-Wert 458
Oleylaldehydhydrazone, Trennung 457
Olivenöl, Nachweis von Fremdfetten 120
Omega-Chromblaugrün BL, Indicator bei der Bestimmung von Ca und Mg 366
Omegachromgrün BLL, analytisches Reagens 19
Opiumalkaloide, Reaktionen 215
Organische Basen, Bestimmung kleiner Mengen im Urin 222
Organische Säuren, analytische Verwendungsmöglichkeiten 29; Nachweis 288; auf Papierchromatogrammen 73
Organische Verbindungen, Nachweis durch chromatographische Spektren 288; Veraschungsmethode 219; Markierung mit Wasserstoff-3 und Kohlenstoff-14 62; Bestimmung verschiedener Elemente 201; von Metallen 286; Tüpfelnachweis von Kohlenstoff 63; Bestimmung von ^{14}C und Gesamtkohlenstoff 63; von Kohlenstoff in ^{14}C-markierten organischen Substanzen 382; von Kohlenstoff-14 und Wasserstoff-3 63; von Phosphor und Stickstoff 65; von Sauerstoffisotopen 65; von Schwefelwasserstoff 449; von Halogenen 382, 383
Ortal, R_f-Wert 208
Orthophosphat, Bestimmung 447; in biologischen Phosphaten 399
Oxalat, Störungen in der Cerimetrie 187, 195
Oxalsäure, Empfindlichkeit als Reagens auf Seltene Erden 51; Bestimmung 291; mit Cer(IV)-sulfat bei Zimmertemperatur und Ferroïn als Indicator 75
Oxin, Bestimmung des Kohlenstoffgehaltes 398
1-Oxy-4-chlorbenzol-(2-azo-2)-1,8-dioxynaphthalin-3,6-disulfonsäure, Indicator bei der komplexometrischen Titration von Ca und Mg 398
Oxydationsmittel, Verhalten von Benzidinderivaten gegenüber Oxydationsmitteln 287
Oxydationsvorgänge, in der Elementaranalyse 166, 272
Oxydationszustand, Bestimmung in olefinischen Fetten 120
Oxyde, Nachweis und Bestimmung verschiedener Metalle 313
Oxyde der 2. Hauptgruppe, Bestimmung von Sauerstoff 84

Oxydeinschlüsse, Bestimmung im Stahl 149
Oxydgemische Seltener Erden, Spektralanalyse 51
Oxytetracyclin, Bestimmung 211, 355
Oxytetracyclinhydrochlorid, Bestimmung 211

Palladium, spektralphotometrische Bestimmung kleiner Mengen 455; Bestimmung mit Tropäolin 00 62
Palmitinsäuremethylester, Bestimmung 351
Palmitylalkohol, Bestimmung 352
Palmkernfett, Bestimmung in Olivenöl 120
Papierchromatographie, quantitative Auswertung 39; Vergleichschromatogramme beim Arbeiten mit der Rundfiltertechnik 39; Trennung relativ großer Mengen verdünnter Substanzen 38
Papierelektrophorese, elutionslose Auswertung von Elektropherogrammen 39; Auswertung von Elektrophoresediagrammen 40; Bedeutung der Stromstabilisierung 40
Paraffine, stationäre Phase in der Gaschromatographie 282; Bestimmung 284; in Erdöl 200
Pechblende, Bestimmung von Uran 325
Pelargonsäurealdehyd, Bestimmung 352
Peloide, Bestimmung oberflächenaktiver Substanzen 318; von Steroidhormonen 238
Pentaacetylglucose, Bestimmung von markiertem Kohlenstoff 382
Pentaerythrit-trinitrat, Bestimmung in Nitrocellulosetreibstoff 393
n-Pentanthiol, R_f-Wert 69
Pentobarbital, R_f-Wert 208
Pentothal, R_f-Wert 208
Pepsin, Bestimmung 232
Peptide, Abtrennung von 2,4-Dinitrophenylaminosäuren an Polyamidsäulen 225
Perchlorat, zur Bestimmung von Kalium 45
Perchlorsäure, zur Bestimmung von Wismut 56; Titration in binären Mischungen mit Salzsäure 43
Periscol, Bestimmung 210
Permanente Gase, Bestimmung von Argon 437
Permanganat, Stabilität eines Gemisches mit Manganat 268; Oxydation mit Permanganat in Gegenwart von Fluorid 110
Pernostal, R_f-Wert 208
Peronin, Reaktionen 215
Peroxyde, Bestimmung 209; Bestimmung organischer Peroxyde 67, 290
Peroxydisulfat, kristalloskopischer Nachweis 57; Bestimmung mit Hydrochinon 57
Peroxydzahl, Bestimmung 120
Perthan, Bestimmung 395
Petrolätherlösliches, Bestimmung in Puder und Puderbestandteilen 204
Petroleum, Untersuchung 201
Petroleumfraktionen, Abtrennung und Charakterisierung von Kohlenwasserstoffen 79
Pferde, Bestimmung von Drogen im Serum 221
Pflanzen, spektrochemische Bestimmung von Spurenelementen 199; Bestimmung von Bor mit Curcumin 319; Reinigung der Aminosäuren für die Papierchromatographie 224; Bestimmung von Aminosäuren 225
Pflanzenextrakte, Bestimmung von Zukkern 122
Pflanzengewebe, Bestimmung von Griscofulvin und seinen Derivaten 199
Pflanzenmaterial, spektrochemische Analyse 198; Bestimmung von Ascorbinsäure 463
Pflanzenproben, radioaktive Überwachung 42
Pflanzenschleime, Untersuchungsmethoden 319
Pflanzenschutzmittel, Bestimmung von Quecksilber 393
p_H-Wert, Bestimmung in Puder und Puderbestandteilen 204
Phanardon, R_f-Wert 208
Pharmaceutica, Reinheitsprüfung mit Hilfe von Mikromethoden 205; Bestimmung von Wasser 205; von Chlorid 206; von Kaliumguajacolsulfonat 209; von Chlortetracyclin- und Tetracyclinhydrochlorid 217
o-Phenanthrolin, zur Eisenbestimmung 452
Phenobarbital, R_f-Wert 208
Phenol, Abtrennung 296; Nachweis im Holz 200
Phenole, Teste 295; Nachweis 288; Bestimmung 209
Phenolphthalein, Reaktionen von mercuriertem Phenolphthalein 432, 433, 434; Quecksilbergehalt der Quecksilberverbindungen 433
Phenylalanin, Bestimmung von markiertem Kohlenstoff 382

Phenyl-aminoessigsäure-isoamylesterhydrochlorid, Bestimmung 210
Phenylbrenztraubensäure, Bestimmung im Urin 236
o-Phenylendiamin, Bestimmung von Kupfer neben o-Phenylendiamin 46
Phenylessigsäurederivate, Bestimmung 210
Phenylosazone, Trennung der Phenylosazone von Zuckern über die Boratkomplexe 294
Phenylsemicarbazid, Bestimmung von Silber 364
Phenylthioharnstoff, Bestimmung von markiertem Kohlenstoff 382
Phosgen, Nachweis in der Luft 133
Phosphat, Abtrennung von Uran durch Lösungsmittelextraktion 324; Einfluß auf die Calcium- und Magnesiumbestimmung 47; Bestimmung von Calcium neben Phosphat 438; von Uran 335; von Gallium neben Phosphat 375; von Eisen neben Phosphat 453
Phosphate, Bestimmung anorganischer Orthophosphate in biologischen Phosphaten 399
Phosphathaltige Erze, Bestimmung von Zirkonium 155
Phosphatmineralien, Bestimmung von Calcium 439
Phosphopeptide, Trennung 226
Phosphor, Bestimmung 201; von Spuren 58; spektrophotometrische Bestimmung 446; Bestimmung als Chinolinphosphormolybdat 156; Bestimmung von anorganischem und organischem Phosphor auf Papierchromatogrammen 446; Bestimmung in Metallfilmen 137; in Vanadiumstählen 147; in Elektrolytnickel 311; in organischen Verbindungen 65; in Pflanzenmaterial 199; des Gesamtphosphors in biologischen Substanzen 399; Bestimmung in Lipoiden 234
Phosphorite, Bestimmung von Zirkonium 155
Phosphorkreatin, Bestimmung von Phosphor 446
Phosphoroxychlorid, Lösungsmittel bei der Verwendung von Benzanthron als Indicator 287; Bestimmung 287
Phosphorsäure, Betimmung als Molybdatophosphorsäure 446; papierchromatographische Abtrennung 384; Einfluß die Uranbestimmung mit Ammoniumthiocyanat 55
Phosphorsäuren, Bestimmung des Verhältnisses zu Aminosäuren 226
Phosphorwolframsäure, zur Bestimmung von Vanadium 161; Bestimmung 209
Phosphorylchlorid, Einfluß auf Fluorescenz und Absorption der Oestrogene 400
Phosphoryl-(enol)-pyruvat, Bestimmung von Phosphat 399
Phthalanhydrid, Bestimmung von Naphthalin und 1,4-Naphthochinon 197
o-Phthaldialdehyd, Bestimmung 209
Phthalocyanin, Mischindicator aus Kupferphthalocyanin mit Methylorange 182
Phthalsäure, Bestimmung 197
Piaselenol (Piazselenol), bei der Bestimmung von Selen in Kupfer 175
α-Picolin, Bestimmung 287; Bestimmung in Pyridin 198
Pigmente, Nachweis und Bestimmung von verschiedenen Metallen 313
Pikrat, zur Bestimmung von Kalium 45
Piperidin, Bestimmung 70
Piperonal, Bestimmung von Sauerstoffisotopen 65
Plasma, Bestimmung von verschiedenen Metallen in Plasma 218; von Adrenochrom 227; der Glutaminoxyessigsäure-Transaminase 238
Plasmocorinth B, Indicator bei der komplexometrischen Titration von Ca und Mg 398
Platin, Abtrennung von Aluminium oder Uran 439; Einfluß auf die Plutoniumbestimmung 441
Platinschlamm, Bestimmung von Selen und Tellur 315
Plutonium, Bestimmung im Makrobereich 441
Plutoniumnitratlösungen, Bestimmung von Verunreinigungen 374
Pökellaugen, Bestimmung von Nitrat 127
Polarisationsmikroskop, Schmelzpunktspolarisationsmikroskop 43
Polarographie, schnelltropfende Quecksilberelektrode in der Analyse 41; Bestimmung von in Wasser gelöstem Sauerstoff 40
Polonium, Abscheidung 405
Polyäthylenglykol-400, stationäre Phase in der Gaschromatographie 282
Polyamidsäulen, zur Trennung von 2,4-Dinitrophenylaminosäuren und Peptiden 225
Polyester, als stationäre Phasen in der Gaschromatographie 350; Charakterisierung gesättigter Polyester 391

Polyhydroxysäuren, Bestimmung von Magnesium in den Natrium- und Calciumsalzen 205
Polyphosphorsäuren, Analyse nach der kernmagnetischen Resonanzmethode 447
Polysaccharide, Bestimmung des Aldehydgehaltes 72
Polystyrol, Bestimmung des Monomerengehaltes 4, 7
Polyurethan-Elastomere, Untersuchung 392
Portlandzement, Bestimmung der Hauptbestandteile 317
Postafen, Untersuchung des Chlorhydrates 212
Präparate, Bestimmung von Reserpin 215
Praseodym, thermische Zersetzung des Chlorids 369; Nachweis 50; Abtrennung 371; als ÄDTA-Komplex 372; Bestimmung in Seltenen Erden 370; Bestimmung von Verunreinigungen 370
Pregnantetrole, Trennung 238
Pregnantriole, Trennung 238
Pregnantriolone, Trennung 238
Pregnentriole, Trennung 238
Privin, Bestimmung 210
Propan, Nachweis 288
Propanole, Bestimmung 289
n-Propanthiol, R_f-Wert 69
Propionsäure, Bestimmung 301
n-Propylamin, Abtrennung 70
Propylgallat, Bestimmung 130; in Fetten 457
Propyl-p-hydroxybenzol, Bestimmung 301
Proteine, Farbstoffbindungskapazität getrennter Serumproteine 231; direkte Photometrie im fernen Ultraviolett der elektrophoretisch getrennten Proteine 228; Technik der Papierelektrophorese 229; Auswertung von Elektropherogrammen 230; elektrophoretische Trennung und gravimetrische Bestimmung 229; Trennung in der Molke 125; Bestimmung der Disulfid- und Sulfhydrylgruppen 231; der Halbcystinreste 232; der Amidgruppen durch Cystinreduktion 233
Prothrombin, Bestimmung 232
Protocatechusäure, Abtrennung 298
Pseudocholinesterase, Bestimmung 239
Pteroylglutaminsäure, Bestimmung 461, 462
Puddingpulver, Bestimmung von Vanillin und Bourbonal 300
Puder, Untersuchung 204
Puderbestandteile, Untersuchung 204
Pudergrundlagen, Untersuchung 204
Purinderivate, Analytik pharmazeutisch verwendeter Purinderivate 212
Pyrazin-2-carboxyamid, Bestimmung im Serum 221
Pyridin, Bestimmung 287; Bestimmung von α-Picolin 198
4-(2-Pyridylazo)-resorcin, zur Bestimmung von Aluminium 50
Pyrit, Bestimmung von Schwefel 449
Pyrohydrolyse, zur Bestimmung von Bortrioxyd in Glas 318
Pyrophosphat, Bestimmung des Phosphatgehaltes 399; Bestimmung von Eisen neben Pyrophosphat 453

Quarz, Bestimmung in Grubenstaub 158
Quecksilber, Bestimmung kleiner Mengen 49; Bestimmung mit mercurierten Farbstoffen 432, 433; Abtrennung von Aluminium oder Uran 439; von Zirkonium 444; in Pflanzenschutzmitteln 393; in Fungiciden 394; in Salben 448; Einfluß auf die Selenbestimmung 179; Bestimmung von Kupfer 362
Quecksilber(II), Bestimmung von Wismut neben Quecksilber (II) 448
Quecksilber(II)-acetat, als Reagens für Titrationen in nichtwäßrigen Lösungen 42
Quecksilbernitrat, zur konduktometrischen Chloridbestimmung 380
Quecksilbertropfelektrode, polarographisches Verhalten von Röntgenkontrastmitteln an der Quecksilbertropfelektrode 41
Quellen, Bestimmung von Uran in heißen Quellen 136
Quercetinsulfonsäure, zur Bestimmung von Uran 372

Radioaktivität, Überwachung im Laboratorium 42; Bestimmung in Mineralwässern 301
Radium D, elektrochemische Abscheidung 405
Radium E, elektrochemische Abscheidung 405
Ramanspektren, Einfluß der Ramanspektren der Lösungsmittel auf die Fluorescenzspektren gelöster Substanzen 36
Ratten, Bestimmung von Drogen in Serum 221

Rauchgase, Bestimmung von NO und SO_2 134
Rauchkammerruß, Bestimmung von Benzpyren 202
Rauchnicotin, Bestimmung 214
Rauchtabak, Trennung der Alkaloide 214
Reagentien, Empfindlichkeit von Fällungsreagentien für Seltene Erden 51
Redoxindicatoren, Verwendung von Benzidin als Redoxindicator 286; Verhalten von Benzidinderivaten 287
Regenwasser, Bestimmung von Dieldrin 303
Reinnicotin, Bestimmung 214
Reinstaluminium, Spektralanalyse 139
Reisamylopektin, Bestimmung des Aldehydgehaltes 72
Reisöl, Trennung der Tocopherole 129
Reizlosigkeit, Bestimmung in Puder und Pudergrundlagen 204
Reserpin, Reaktionen 215; Bestimmung in Futtermitteln mit salpetriger Säure 388; in Lösungen, Drogen und Präparaten 215
Resorcylsäuren, Trennung 298
Reststickstoff, Bestimmung nach Rappaport und Eichhorn 399
Retentionswerte, Einfluß der Konzentration der stationären Phase und des Trägermaterials 282; gaschromatische Bestimmung der relativen Retentionswerte von 60 Substanzen 284
R_f-Wert, Zusammenhang mit dem Verteilungskoeffizienten 285
Rhamnose, Bestimmung 77
Rhenium, Bestimmung von Mikrogrammengen 451; Abtrennung von Aluminium oder Uran 439
Rhinex compositum, Bestimmung 210
Rhodanid zur Bestimmung von chemisch gebundenem Wasser 449; zur Bestimmung von Uran 55; zur Eisen-(III)-bestimmung 454; Bestimmung 377. — Siehe auch Thiocyanat
Ribonuclease, Bestimmung 239; in Proteinen 232
Ribonucleasederivate, Bestimmung 239
Rinderserumalbumin, Bestimmung 232
Röntgenkontrastmittel, Verhalten von jodierten Röntgenkontrastmitteln an der Quecksilbertropfelektrode 41
Roheisen, Bestimmung von Kupfer und Blei 147
Rohrfüllungen, bei der Stickstoffbestimmung 272
Rubidium, Bestimmung in Silicaten 152
Rüböl, Bestimmung in Olivenöl 120
Rundfiltertechnik, Vergleichschromatogramme 39
Ruß, Bestimmung von 3,4-Benzpyren im Rauchkammerruß 202

Saccharin, Bestimmung neben Dulcin 211
Saccharose, Bestimmung in Pflanzenextrakten 122
Saccharose-Fettsäureester, Trennung 203
Säureamide, Bestimmung von Sauerstoffisotopen 65
Säureanhydride, Bestimmung von Sauerstoffisotopen 65
Säuren, Titration von Gemischen von Salzsäure mit starken einbasischen Säuren 43; Bestimmung in Uran(VI)-lösungen 373; Bestimmung von Sauerstoffisotopen 65; Nachweis von Halogenwasserstoffsäuren 288; papierchromatographische Trennung gesättigter Fettsäuren 74; Isolierung und Bestimmung partiell hydrierter Fettsäuren als Quecksilberaddukte 74
Salben, Bestimmung von Wismut und Quecksilber 448; von Wasser 205
Salicylsäure, Bestimmung 300
Salpetersäure, Nachweis 288; Titration in binären Mischungen mit Salzsäure 43
Salpetrige Säure, zur Bestimmung von Reserpin in Futtermitteln 388
Salze, Bestimmung von Zirkonium 155
Salzsäure, Titration in binären Gemischen 43
Salzwasser, Bestimmung von radioaktivem Strontium 367
Samarium, thermische Zersetzung des Chlorids 369; Nachweis 50; Bestimmung 440; Abtrennung 372; Bestimmung neben der Cer-Gruppe 372; Bestimmung in Seltenen Erden 370; Bestimmung von Verunreinigungen 370
Samenöl, Bestimmung von Basella rubra 121
Sand, Bestimmung von Wasser 158
Sandoptal, R_f-Wert 208
Sauerstoff, Verteilung der ^{18}O-Isotope in Kohlendioxyd 57; Bestimmung 201; in einer Gasprobe 287; in Lösungen 41; in Wasser 40, 41; an Oxyden der 2. Hauptgruppe 84; in Titan 306; in Titan-Mangan-Legierungen 136; in manganhaltigen Zirkoniumlegierungen, Niob- oder Tantallegierungen 137; von Sauerstoffisotopen in organischen Stoffen

65; Bestimmung von Argon neben Sauerstoff 437
Sauerstoff-18-Isotope, Verteilung in Kohlendioxyd 57
Sauerstoffsättigung, Bestimmung im Blut 220
Schlacken, Bestimmung von Wasser in metallurgischen Schlacken 315
Schlamm, Bestimmung von radioaktivem Strontium 367
Schmiedeproben, Untersuchung mit selbstregistrierenden Spektrographen 145
Schokoladenpasten, Bestimmung des Wassergehaltes 121
Schwefel, Bestimmung 201; Bestimmung in Elektrolytnickel 312; in Pyrit 449
Schwefeldioxyd, Nachweis 288; Bestimmung im Gemisch mit Schwefeltrioxyd 377; Bestimmung in Rauchgasen 134
Schwefelsäure, Bestimmung in Abgasen der Schwefelsäureproduktion 135; Bestimmung von Sulfat in freier Schwefelsäure 449
Schwefeltrioxyd, Nachweis 288; Bestimmung im Gemisch mit Schwefeldioxyd 377
Schwefelwasserstoff, zur Fällung von Sulfiden 285; Bestimmung von Mikromengen 449; Bestimmung in Kohlenwasserstoffgasen 390
Schweinefett, Bestimmung von Propylgallat 457
Seconal, R_f-Wert 208
Sedimentproben, radioaktive Überwachung 42
Seifen, Titration kationischer Seifen in nichtwäßrigen Lösungen 42; Bestimmung in Öl und Neutralisationspasten 319
Selen, Bestimmung von Spuren 58; Abtrennung von Aluminium oder Uran 439; von Tellur 58; Bestimmung geringer Gehalte in Kupfer 175; Bestimmung in Gold- und Platinschlamm 315; Bestimmung von Verunreinigungen 305
Selenat, Einfluß auf die Calcium- und Magnesiumbestimmung 47
Seltene Erden, Untersuchung von Fällungsreagentien 51; thermische Zersetzung von Chloriden 369; röntgenfluorescenz-spektrometrische Nachweisempfindlichkeit 50; Bestimmung 52; volumetrische Bestimmung von μg-Mengen 440; komplexometrische Titration 369; Trennung an Anionenaustauscherharzen 371; Trennung mit Äthylendiamintetraessigsäure 371, 372; Nachweisempfindlichkeit von verschiedenen Seltenen Erden in ihren Oxyden 50; Spektralanalyse von Oxydgemischen 51; Bestimmung in Thoriumoxyd 317; spektralanalytische Bestimmung der Verunreinigungen 370
Seltene Metalle, spektrographische Kontrolle der Herstellung 305
Serin, Bestimmung im Augenwasser 225
Serum, Auswertung von Diagrammen 40; Bestimmung von Wasser 218; von Kalium 398; von Ca und Mg 398; von 2-Äthyl-4-thio-carbamidopyridin 221; von Dihydrocholesterin 237; Farbstoffbindungskapazität getrennter Proteine 231; Abhängigkeit der Wanderweiten der Globuline vom Gesundheitszustand 234; Bestimmung der Lipoproteine 234; der Glutaminoxyessigsäure-Transaminase 238
Sesamöl, Bestimmung in Olivenöl 120
Sesamschrot, Bestimmung des Kohlenstoffgehaltes 398
Silber, gravimetrische Bestimmung 364; gravimetrische Bestimmung mit Phenylsemicarbazid 364; potentiometrische Titration mit Ammoniumchlorid 99; Bestimmung als kolloidales Silbersulfid in nichtwäßriger Phase 321; Bestimmung von Spuren in Cadmium 305; in Aluminium 139; in Thallium 305; von Spuren in Blei 305; von Spuren in Blei-Antimonlegierungen 305; Titration nach VOLHARD in kobalthaltigen Proben 364
Silber-Aluminiumlegierungen, Analyse 139
Silberdithizonat, Extraktion mit Tetrachlorkohlenstoff und Chloroform 46
Silberjodid, Bestimmung von Keimen in Eiskristallen 364
Silberjodidkristalle, photographische Bestimmung 364
Silberlegierungen, Bestimmung von Gold 303
Silbernitrat, bei der potentiometrischen Titration von Kalium 45; zur Bestimmung von Thioacetamid 290
Silbersulfid, bei der photometrischen Bestimmung von Silber 321
Silicate, Bestimmung von Rb, Cs, Tl und In 152; von Magnesium 152
Silicium, Bestimmung als Molybdatokieselsäure 55; Bestimmung in Zirkonium 307; im Stahl 308; in Elek-

trolytnickel 311; in Kohle und Graphit 320; in organischen Verbindungen 65
Silicium-Calcium-Aluminiumlegierungen, Bestimmung von Calcium 139
Silicium-Calciumlegierungen, Bestimmung von Calcium 139
Siliciumchlormethylgruppen, Bestimmung in siliciumorganischen Verbindungen 71
Siliciumdioxyd, Bestimmung in Magnesiumtrisilicat und calciniertem Magnesit 314
Siliciummethylgruppen, Bestimmung in siliciumorganischen Verbindungen 71
Siliciumorganische Verbindungen, Bestimmung funktioneller Gruppen 71; Bestimmung von Äthoxylgruppen 383
Silicon 702, Bestimmung der Aktivität in der Gaschromatographie 284
Silicowolframsäure, Bestimmung 209
Simatropin, Bestimmung 210
Sojaöl, Bestimmung in Olivenöl 120; Trennung der Glyceride 458
Sojaschrot, Bestimmung der Ureaseaktivität 240
Solutio Adrenalini Bitartratis, Bestimmung von Adrenalin 237
Sondermessing, Analyse 138
Sonnenblumenöl, Bestimmung in Olivenöl 120
Sorbit, Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 235
Soßenpulver, Bestimmung von Vanillin und Bourbonal 300
Spalisal, Bestimmung von Xanthonspuren 205
Spaltprodukte, Analyse von Mischungen 42
Spasmolytica, Bestimmung 210
Spektralanalyse, dünner Metallschichten 281
Spektrographen, selbstregistrierende Spektrographen im Eisenhüttenlaboratorium 145; Hilger-Spektrographen im Eisenhüttenlaboratorium 146
Sphingomyeline, Bestimmung in der Milch 124, 125
Spurenelemente, Bestimmung im Stahl 146; in Mikronährstoffvolldünger 157; in Pflanzen 199; in Kohle und Graphit 320
Stahl, Schnellanalyse 308; Spurenanalyse 146; spektralanalytische Untersuchung 308; spektrale Analyse von Gasen 146; Bestimmung von Wasserstoff 147; von Kupfer und Blei 147; von Bor 308; von Zinn 309; von Phosphor in Vanadiumstählen 147; von Vanadium 148; von Niob und Wolfram 148; von Molybdän 310; von Molybdän, Vanadium und Titan 149; von Oxydeinschlüssen 149
Stahlschlacken, Bestimmung von Vanadium 159
Stationäre Phasen, Verwendung von Polyestern in der Gaschromatographie 350; Einfluß der Konzentration auf die Retentionswerte 282
Staub, Bestimmung von Quarz in Grubenstaub 158
Stearinsäuremethylester, Bestimmung 351
Stearylaldehydhydrazone, Trennung 457
Stearylalkohol, Bestimmung 352
Steinkohle, Untersuchung eines Druckvergasungsteeres 200
Sterine, Bestimmung in verschiedenen Milcharten 39
Steroide, papierchromatographische Untersuchung 38; Trennung von acetaldehydogenen Steroiden 238
Steroidhormone, Bestimmung in Peloiden 238
Stickstoff, Bestimmung in Metallen 137; an Titan 306; Messung mit Mikroazotometer 64; Wirksamkeit der Oxydationsschicht bei der Bestimmung nach Pregl 166; Rohrfüllungen bei der Bestimmung 272; Nachweis im Rahmen der C-H-Bestimmung 64; Bestimmung von Gesamtstickstoff in Elastomeren 392; von ^{15}N unter Verwendung eines Stufenfilters 9; des Reststickstoffs nach Rappaport und Eichhorn 399
Stickstoffbasen, konduktometrische und potentiometrische Bestimmung 69
Stickstoffmonoxyd, Bestimmung in Rauchgasen 134
Stickstoffoxyde, Apparatur zur Analyse 445; Nachweis 288
Strahlenquelle, für photoelektrische Analysen 288
Stromstabilisierung, Bedeutung bei der Papierelektrophorese 40
Strontium, R-Wert 368; Bestimmung von radioaktivem Strontium 367; komplexometrische Bestimmung 48; Abtrennung von Erdalkalimetallen 368; flammenphotometrische Bestimmung neben viel Calcium und Barium 48; Einfluß auf die Kupferbestimmung 25; auf die Vanadiumbestimmung 27
Strontium-90, Abtrennung 437; Abtrennung aus Lösungen 367; Bestimmung in Wasser 255

Strontiumoxyd, calorische Daten der Reaktion mit H_2 85; mit H_2S 86; Untersuchung 93
Strukturbestimmung, dielektrische Messungen (Oehme) 35 [L]
Strychnin, Reaktionen 215
Stufenfilter zur Bestimmung von Stickstoff-15 9
Styrol, Bestimmung in Polystyrol 7
Sudanrot G, Bestimmung 37
Sulfanilsäure, Bestimmung neben Sulfathiazol 80
Sulfat, Bestimmung 449; colorimetrische Bestimmung 377
Sulfathiazol, Bestimmung 80; Bestimmung neben Sulfanilsäure 80
Sulfhydrylgruppen, Bestimmung in Proteinen und Aminosäuren 231
Sulfide, Fällung mit verschiedenen Reagentien 285; Reaktion mit mercuriertem Phenolphthalein 434; Bestimmung 377; Bestimmung neben Cyanid 443; Einfluß auf die Fluorescenzintensität von Tetraquecksilberacetatfluorescein 434
Sulfidische Materialien, Bestimmung von Arsen als Molybdänblau 156
Sulfobernsteinsäureester, Bestimmung 203
Sulfochloridzahl, Bestimmung in sulfochlorierten Kohlenwasserstoffen 202
Sulfurylchlorid, Lösungsmittel bei der Verwendung von Benzanthron als Indicator 287
Sunset Gelb FCF, Bestimmung 130
Surital, R_f-Wert 208
Synthesegas, Bestimmung von Argon in Ammoniaksynthesegas 437

Tabak, Trennung der Alkaloide 214; Bestimmung von Nicotin 214, 397
Tabakalkaloide, Trennung und Bestimmung 214
Tabaknicotin, Bestimmung 214
Tabakrauch, Bestimmung von Nicotin 397
Tabletten, Bestimmung von Kobalt und Vitamin B_2 461
Talkumpräparate, Bestimmung von Wismut und Zink 448
Tallöl, Bestimmung von n-Heptancarbonsäure 389
Tantal, Abtrennung 448; Bestimmung in Metallfilmen 137; in Hochtemperaturlegierungen 144
Tantallegierungen, Bestimmung von Sauerstoff 137
Tantal-Nioblegierungen, Bestimmung von Niob 143
Tapazol, Bestimmung 210
Tartrat, Bestimmung 210
Tartrazin, Bestimmung 130
Technetium-99, Abtrennung von bestrahltem Uran-235 450
Technische Produkte, Bestimmung verschiedener Elemente 201
Teer, Untersuchung des Druckvergasungsteers von Steinkohle 200; Bestimmung von Vanadium 159
Tellur, spektrographische Bestimmung 305; Abtrennung von Aluminium oder Uran 439; von Selen 58; Bestimmung in Legierungen bei Anwesenheit von Antimon unter Verwendung von ÄDTA 144; in Blei-Antimon-Tellurlegierungen 143; in Gold- und Platinschlamm 315; Bestimmung von Verunreinigungen 305
Tellur(IV), Abtrennung 449
Tellur-Blei-Antimonlegierungen, Bestimmung von Tellur 143
Tellursäure, Katalysator bei der Reduktion von Manganat mit Mangan(II) 108; Einfluß auf die Stabilität von Manganat 267
Temperatur, Beeinflussung der Hauttemperatur durch Puder und Puderbestandteile 204
Terbium, Untersuchung der Empfindlichkeit verschiedener Fällungsreagentien 51; thermische Zersetzung des Chlorids 369; Nachweis 50; Bestimmung von Verunreinigungen 370
α-Terpineol, Bestimmung 354
Terramycin, Bestimmung im Serum 221
Tetraäthylthiuramdisulfid, zur Bestimmung von Kupfer 362
Tetrachlorkohlenstoff, zur Extraktion von Silberdithizonat 46
Tetracyclin, Bestimmung 355
Tetracycline, Bestimmung auf Grund ihrer mit Ammoniummolybdat gebildeten Komplexe 355
Tetracyclinhydrochlorid, Bestimmung 217
Tetrafluoräthylen, Bestimmung in Copolymerisaten 392
Tetrafluoroborate, Bestimmung des Gesamtfluors 380
Tetralin, Abtrennung aus Kohlenwasserstoffgemischen 79
N,N,N′,N′-Tetramethyläthylendiamin, Bestimmung 70
Tetraphenyloborat, bei der potentiometrischen Titration von Kalium 45
Tetraphenyloxalamidin, zur Bestimmung kleiner Mengen Kupfer 363

Tetraquecksilberacetatfluorescein, Herabsetzung der Fluorescenzintensität durch Beimengungen 434
Thallium, spektrographische Bestimmung 305; Zuschläge bei der spektralanalytischen Bestimmung 375; Bestimmung durch Absorption des Chlorides im UV-Gebiet 442; polarographische Bestimmung in verschiedenen Grundelektrolyten 442; Bestimmung in Blei 305; in Silicaten 152; Einfluß auf die Selenbestimmung 179; spektralanalytische Untersuchung von Thallium höchster Reinheit 305; Bestimmung von Verunreinigungen 305
Thallium(I), Bestimmung 421
Thallium(I)-acetat, potentiometrische Titration mit Kaliumjodid 100
Thenoyltrifluoraceton, zur Extraktion von Eisen 60
Theobromin, Untersuchung 212
Theophyllin, Untersuchung 212
Thiamin, polarographische Bestimmung von phosphoryliertem Thiamin 460
Thiaminfaktoren, mikrobiologische Bestimmung 460
Thioacetamid, Bestimmung mit Silbernitrat 290; Einfluß auf die Fluorescenzintensität von Tetraquecksilberacetatfluorescein 434
Thiobarbitursäureverfahren, zur Bestimmung des Oxydationsgrades von Fettsäuren 120
Thiocarbanilid, zur Bestimmung von Wismut 447
Thiocyanat, zur Bestimmung von chemisch gebundenem Wasser 449; zur Bestimmung von Uran 55; zur Eisenbestimmung 454; Bestimmung 377. — Siehe auch Rhodanid
Thiodiglykolsäure, zur Bestimmung von Zirkonium 375
Thioglykolsäure, Einfluß auf die Fluorescenzintensität von Tetraquecksilberacetatfluorescein 434
Thioharnstoff, Reaktion mit mercuriertem Phenolphthalein 434; Einfluß auf die Fluorescenzintensität von Tetraquecksilberacetatfluorescein 434
Thiole, Analyse im Blut 228
Thiolutin, Bestimmung 216
Thionylchlorid, Lösungsmittel bei der Verwendung von Benzanthron als Indicator 287; Bestimmung 287
Thiooxin, zur Bestimmung von Molybdän 378
Thiophenol, Einfluß auf die Fluorescenzintensität von Tetraquecksilberacetatfluorescein 434
Thiosulfat, Reaktion mit mercuriertem Phenolphthalein 434; Bestimmung 377
Thorium, Bestimmung 32, 52, 53; Bestimmung mit Omegachromgrün BLL als Indicator 21; indirekte komplexometrische Titration 29; Bestimmung und Abtrennung von Uran 114; Bestimmung in natürlichen Wässern 135; in Monazitkonzentraten 153; Bestimmung von Uran 141
Thoriumerz, Bestimmung von Uran 335
Thoriumoxyd, Bestimmung in Monazit 153; Bestimmung in Seltenen Erden 317
Threonin, Bestimmung im Augenwasser 225
Thulium, thermische Zersetzung des Chlorids 369; Bestimmung in Seltenen Erden 370; Bestimmung von Verunreinigungen 370
Thymolblau, Indicator bei der Bestimmung von Kohlensäure in Wasser 135
Tinkturen, Bestimmung von Gerbstoffen 388
Titan, spektralphotometrische Bestimmung 443; Abtrennung von Zirkonium 443; Bestimmung in Legierungen 140; in Hochtemperaturlegierungen 144; in Aluminium 139; in Zirkonium 307; in niedriglegierten Stählen 149; in Elektrolytnickel 312; Nachweis und Bestimmung in Mineralien und technischen Produkten 313; Bestimmung in Titanerzen 154; Bestimmung von Uran neben Titan 373; von Vanadium 159; von Sauerstoff und Stickstoff 306; Reinigung von Niob von beigemengtem Titan 377
Titanerze, Bestimmung von Titan und Eisen 154
Titanindustrie, Bestimmung von Vanadium in Zwischenprodukten 159
Titan-Manganlegierungen, Bestimmung von Sauerstoff 136
Titanschlacke, Bestimmung von Vanadium 159
Titantetrachlorid, Bestimmung 287; Bestimmung von Vanadium 159
α-Tocopherol, Bestimmung 130
Tocopherolgemische, Trennung 128, 129
Tolazolinhydrochlorid, Bestimmung 210
p-Toluidin, Bestimmung 70
Toluol, Untersuchung von verunreinigtem Toluol 284
p-Toluolsulfonsäure, Titration in binären Gemischen mit Salzsäure 43
Ton, Bestimmung von Zirkonium 444

Tonerde, Bestimmung im Stahl 149
Torf, Bestimmung von Wasser 158
Toxikologie, Bestimmung von Bariumspuren 160
Trägermaterialien, Einfluß auf die Retentionswerte in der Gaschromatographie 282
Traubenmost, Bestimmung von Blei 456
Triacetatsolvat, potentiometrische Titrationen im Triacetatsolvat des Trimethylaminacetats 97
Triäthanolamin, Bestimmung von Kupfer neben Triäthanolamin 46
Triäthylaminhydrogensulfid, zur Fällung von Sulfiden 285
Triäthylentetramin, zur Bestimmung von Kupfer 138
Triammoniumtetrathiocyanato-argentat, zur Trennung von metallischem Eisen von Eisen(II) und Eisen(III) 451
3,4,5-Tributoxy-benzoesäure-diäthylaminoäthylester-hydrochlorid, Titration von Chlorid 206
Tributylphosphat, zur Extraktion von Uran in Thorium 141
Tri-n-butylphosphat, zur Extraktion von Uran 331; Bestimmung von n-Butanol 387
Tricalciumaluminat, Bestimmung in Portlandzement 317
Tricalciumsilicat, Bestimmung in Portlandzement 317
Trichloräthylen, Bestimmung von Diphenylamin 390
Trichloraniline, Trennung von Dichloranilin 386
Tridecylaldehyd, Bestimmung 352
Trifluoräthylen, Bestimmung in Copolymerisaten 392
Triglyceride, Trennung synthetischer und natürlicher Triglyceride 75
Trilinolin, R_f-Wert 458
4,6,2′-Trimethoxy-6′-methylgris-2′-en-3,4′-dion, Bestimmung 199
Trimethylaminacetat, potentiometrische Titrationen in der Lösung des Triacetatsolvats des Trimethylaminacetats 97
Triolein, R_f-Wert 458
3,3′,4′-Trioxyfuchson-2″-sulfonsäure, zur Bestimmung von Zirkonium 155
Tritium, zur Markierung von organischen Präparaten 62; Bestimmung in organischen Substanzen 63
Trockenbatterien, Bestimmung von Vanadium in Mangandioxyd 159
Trockensubstanz, Bestimmung in Milch 428
Tropäolin 00, zur Bestimmung von Palladium 62
Tropfenzähler, transistor-bestückter elektronischer Tropfenzähler 37
Trypsin, Bestimmung 232
Tween, Untersuchung 206
Tyrosin, Bestimmung im Augenwasser 225

Ultraviolett-spektroskopische Messungen, Reinigung von Dioxan und Isooctan 36
Undecylaldehyd, Bestimmung 352
Undecylenaldehyd, Bestimmung 352
Ungesättigte Verbindungen, Bestimmung 68
Unkrautbekämpfungsmittel, Bestimmung von Chlormethylphenoxazinsäure, Dinitrokresol oder Butyldinitrophenol 394
Uran, spektralphotometrische Bestimmung 53, 54; Bestimmung mit Quercetinsulfonsäure 372; mit Flavonol 441; polarographische Bestimmung und Abtrennung durch Lösungsmittelextraktion 324; Abtrennung von anderen Stoffen 439; Bestimmung und Abtrennung von Thorium 114; Bestimmung in Gegenwart von Fe, V, Mo und Ti 373; Bestimmung in natürlichen Wässern 135; in heißen Quellen 136; in Thorium 141; Einfluß der Phosphorsäure auf die Bestimmung von Uran mit Ammoniumthiocyanat 55; Einfluß auf die Kupferbestimmung 25; auf die Vanadiumbestimmung 27; Bestimmung von Nickelspuren 142
Uran-235, Abtrennung von Technetium-99 450
Uran(VI), Untersuchung des Systems mit ÄDTA 373
Uran(VI)-lösungen, Bestimmung von freier Säure 373
Uranyl, Trennung von Zirkonium 444
Ureaseaktivität, Bestimmung in Sojaschrot 240
Urin, Bestimmung von Blei 220; von Eisen mit Bathophenanthrolin 453; kleiner Mengen organischer Basen 222; von 2-Äthyl-4-thiocarbamidopyridin 221; von Phenylbrenztraubensäure 236. — Siehe auch Harn
Uronsäuren, Farbreaktion mit Anthron 297; Bestimmung mit Anthronreagens 78
Uropepsin, Bestimmung 240
Urotropin, Bestimmung des Kohlenstoffgehaltes 398

Valin, Bestimmung im Augenwasser 225
Vanadium, colorimetrische Bestimmung mit Phosphorwolframsäure 161; photometrische Bestimmung 56, 376; Bestimmung mit Omegachromgrün BLL 24; mit Diphenylaminosulfonat als Reagens 159; Bestimmung in Aluminium 139; in Plutoniumlösungen 374; in Zirkonium 307; in Stahl 148, 308; in niedriglegierten Stählen 149; in Pflanzen 199; Einfluß auf die Plutoniumbestimmung 441; Bestimmung von Uran neben Vanadium 54, 373
Vanadiumstähle, Bestimmung von Phosphor 147
Vanille-Extrakte, Nachweis von Fälschungen 299
Vanillin, Bestimmung 300; von Sauerstoffisotopen 65
Vanillinzucker, Bestimmung von Vanillin und Bourbonal 300
Vergasungsteer, Untersuchung des Druckvergasungsteeres von Steinkohle 200
Verstäubungswert, Bestimmung in Puder und Puderbestandteilen 204
Verteilungskoeffizient, Zusammenhang mit dem R_f-Wert 285
Verunreinigungen, Bestimmung in Plutoniumnitratlösungen 374
Vinyläther, Bestimmung 68
Vinylpyridin, Bestimmung in Elastomeren 391
Vinylpyridin-Butadien-Copolymere, Bestimmung von Stickstoff 392
Vitamin B_2, Bestimmung 461
Vitamin B_{12}, Bestimmung in Ampullen und konzentrierten Extrakten 462
Vitamin C, Bestimmung 461, 462; Stabilisierung in Extrakten von pflanzlichem Material 463; Bestimmung in Obst und Gemüse 128

Waagen, erschütterungsfreie Aufstellung von Mikrowaagen 44
Wasser, Bestimmung 283, 284, 289; von chemisch gebundenem Wasser 449; Bestimmung mit Neutronen in festen Materialien wie Sand, Kohle, Torf, Holz usw. 158; in metallurgischen Schlacken 315; in Öl, Fett und Zucker 121; in Milchprodukten 123; in Butter 428; in pharmazeutischen Präparaten 205; im Serum 218; flammenphotometrische Untersuchung von Mineralwässern 301; Bestimmung der Radioaktivität von Mineralwässern 301; Bestimmung von Kalium, Natrium und Calcium im Meerwasser 301; von radioaktivem Strontium 367; von Strontium-90 255; von Uran in heißen Quellen 136; von Uran und Thorium 135; von Kohlensäure 135; von Sauerstoff 40, 41; von Fluor 118; von Bromid und Jodid 136; Nachweis chlorierter Insecticide 302. — Siehe auch Feuchtigkeit
Wasserdampfdestillationsapparatur, für Kjeldahl-Bestimmungen 44
Wassergas, Bestimmung von Argon 437
Wasserlösliches, Bestimmung in Puder und Puderbestandteilen 204
Wasserproben, radioaktive Überwachung 42
Wasserstoff, Wirksamkeit der Oxydationsschicht bei der Bestimmung nach Pregl 166; Bestimmung 201; in Stahl 147; in Kohlenwasserstoffen 66
Wasserstoff-3, zur Markierung organischer Präparate 62; Bestimmung in organischen Substanzen 63
Wasserstoff-Kohlenstoff-Bestimmung, qualitativer Nachweis von Stickstoff bei der C,H-Bestimmung 64
Wasserstoffperoxyd, zur Reduktion von Manganat 103
Wein, Bestimmung des Extraktes 428; von Kalium und Natrium 455; von Blei 456
Weinsäure, Bestimmung 291; polarographische Bestimmung 76; Bestimmung des Kohlenstoffgehaltes 398; Bestimmung neben Citronensäure 293
Weißmetall, Analyse 138
Weizenamylopektin, Bestimmung des Aldehydgehaltes 72
Weizenmehl, Formoltitration auf Eiweiß 126
Wismut, Bestimmung 447; mit ÄDTA 448; mit Perchlorsäure 56; Bestimmung neben Quecksilber(II) 448; neben Pb, Zn, Cd oder Fe^{II} 448; Bestimmung in Aluminium 139; in Thallium 305; in Chrom 307; in Talkumpräparaten 448; in Salben 448
Wismutchlorid, Bestimmung 209
Wolfram, Bestimmung in Metallfilmen 137; in Hochtemperaturlegierungen 144; in Zirkonium 307; im Stahl 308; in Stählen und Kobaltlegierungen 148; in Elektrolytnickel 312; von Kupfer 362
Wolle, Bestimmung von Cystin und Cystein 244; von Lanthionin 292

Xanthogenate, Reaktion mit mercuriertem Phenolphthalein 434; Abtrennung 75
Xanthon, Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 205
Xanthopterin, Bestimmung 462
Xylenolorange, Indicator bei der Bestimmung von Yttrium 52

Yohimbin, Reaktionen 215
Ytterbium, thermische Zersetzung des Chlorids 369; Untersuchung der Empfindlichkeit verschiedener Fällungsreagentien 51; Nachweis 50; Bestimmung 440; in Seltenen Erden 370
Yttererden, Trennung durch fraktionierte Kristallisation ihrer ÄDTA-Komplexe 371; Bestimmung von Yttrium 52
Yttrium, thermische Zersetzung des Chlorids 369; Nachweis 50; Abtrennung 372; Bestimmung in Seltenen Erden 370; in Yttererden 52
Yttrium-90, Abtrennung 437

Zählrohr, zur Untersuchung radioaktiv indizierter Eulate von Chromatographiesäulen 37
Zähne, Bestimmung von Calcium 439
Zemente, Bestimmung von Vanadium 159; von Gips 159; der Hauptbestandteile von Portlandzement 317
Zichorienwurzel, Bestimmung von Inulin 122
Ziffernregistrierung, bei neuem Integrator 94
Zigarettenrauch, Analyse 396
Zink, Titration mit Murexid als Indicator 1; Trennung von Zirkonium 444; Bestimmung in Metallfilmen 137; kleiner Mengen in Magnesium- und Aluminiumlegierungen 304; in Aluminium 139; in Asche von organischem Material 219; Nachweis und Bestimmung in Mineralien und technischen Produkten 313; Bestimmung in Dünger 157; in Pflanzen 199; Nachweis in Holz 200; Bestimmung in Talkumpräparaten 448; in Blutkörperchen und Plasma 218; Bestimmung von Kupfer 362; von Wismut neben Zink 448; von Eisen neben Zink 454
Zinkkonzentrate, Bestimmung von Arsen als Molybdänblau 156
Zinkverarbeitung, Bestimmung von Indium, Thallium und Tellur in Halbprodukten 305
Zinn, Trennung von Zirkonium 444; Bestimmung in Metallfilmen 137; in Legierungen 138; in Weißmetall 139; in Aluminium 139; in Thallium 305; in Plutoniumlösungen 374; in Zirkonium 307; in Chrom 307; in Eisen und Stahl 309; Bestimmung von Kupfer 362
Zinn(II)-chlorid, Bestimmung 287; potentiometrische Bestimmung 101
Zirkonium, Reagens zur gravimetrischen Bestimmung 375; Mitfällung bei der Fällung von Cer(III)-oxalat aus homogener Lösung 56; Bestimmung 32; indirekte komplexometrische Titration 29; Trennung von Titan, Eisen(III) und Aluminium 443; Bestimmung in Salzen und Phosphoriten 155; in phosphathaltigen Erzen 155; in Ton 444; Bestimmung der Spurenverunreinigungen 307
Zirkonium-90, Abtrennung 437
Zirkonium-Alizarinmethode, zur Bestimmung von Fluor 118
Zirkonium-Eriochromcyaninverfahren, zur Bestimmung von Fluor 118
Zirkoniumlegierungen, Bestimmung von Sauerstoff 137
Zirkoniumoxychlorid, Bestimmung von Eisen 452
Zucker, papierchromatographische Bestimmung 77; Bestimmung reduzierender Zucker 77; von Mikrogrammengen reduzierender Zucker 293; Trennung der Phenylosazone über die Boratkomplexe 294; Bestimmung in Pflanzenextrakten 122; im Blut 223; Bestimmung des Wassergehaltes 121; von Sauerstoffisotopen 65
Zuckerfabrikation, Bestimmung der Farbintensität von Halb- und Endprodukten 122